

N° d'ordre :

THÈSES

PRÉSENTÉES A LA

FACULTÉ DES SCIENCES DE MONTPELLIER

POUR OBTENIR LE

GRADE DE DOCTEUR D'UNIVERSITÉ

"MENTION SCIENCES"

PAR

Germain MARTIN

Licencié Es-Sciences

1^{re} THÈSE

**VISCOSIMÈTRE A MESURES RELATIVES POUR L'ETUDE
DES GAZ CORROSIFS COMPRIMÉS JUSQU'A 1000 BARS
DANS LE DOMAINE DE TEMPÉRATURES 0-100° C.**

2^e THÈSE

COMPRESSIBILITÉ DES GAZ

(Propositions données par la Faculté)

Soutenues le 11 Juillet 1964, devant la Commission d'examen.

Jury	{	MM. J. SALVINIEN	Président
		P. VIELES	} Examineurs
		C. CHALIN	

THÈSES

PRÉSENTÉES A LA
FACULTÉ DES SCIENCES DE MONTPELLIER
POUR OBTENIR LE
GRADE DE DOCTEUR D'UNIVERSITÉ
"MENTION SCIENCES"

PAR
Germain MARTIN
Licencié Es-Sciences

1^{re} THÈSE

**VISCOSIMÈTRE A MESURES RELATIVES POUR L'ÉTUDE
DES GAZ CORROSIFS COMPRIMÉS JUSQU'À 1000 BARS
DANS LE DOMAINE DE TEMPÉRATURES 0-100° C.**

2^e THÈSE

COMPRESSIBILITÉ DES GAZ

(Propositions données par la Faculté)

Soutenues le Juillet 1964, devant la Commission d'examen.

Jury	{	MM. J. SALVINIEN	{	Président
		P. VIELES		Examineurs
		C. CHALIN		

**VISCOSIMÈTRE A MESURES RELATIVES POUR L'ETUDE
DES GAZ CORROSIFS COMPRIMÉS JUSQU'A 1000 BARS
DANS LE DOMAINE DE TEMPÉRATURES 0-100° C.**



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41555624_0033

UNIVERSITE DE MONTPELLIER

F A C U L T E D E S S C I E N C E S

DOYEN -

B. CHARLES

ASSESSEURS -

R. JOUTY
I. ASSENMACHER

DOYEN HONORAIRE -

P. MATHIAS

PROFESSEURS HONORAIRES -

R. JACQUES
M. CASTERAS
E. CARRIERE
E. TURRIERE
J. SOULA
G. DENIZOT
J. GRANIER

PROFESSEURS TITULAIRES -

M. MOUSSERON Chimie
L. EMBERGER Botanique
Ch. BOUHET Physique
P. MATHIAS Zoologie et Biologie Générale
J. P. ROIG Physique
P. CHATELAIN Minéralogie et Cristallographie
Mlle O. TUZET Zoologie et Biologie Générale
Mlle G. CAUQUIL Chimie
M. G. COUCHET Mécanique Supérieure
M. J. SALVINIEN Chimie-Physique
Mlle A. M. VERGNOUX Physique
M. M. BOUX Mathématiques
M. J. AVIAS Géologie
M. P. VIELES Chimie
M. J. RABINOVITCH Physique (C. S. U.)
M. E. KAHANE Chimie Biologique
M. J. J. MOREAU Mécanique Rationnelle
M. B. CHARLES Mathématiques Pures
M. J. MOTTE Botanique
M. R. JOUTY Physique
M. R. LEGENDRE Zoologie
M. C. CHALIN Physique
M. I. ASSENMACHER Physiologie Animale
M. B. PISTOULET Physique
M. Ch. ROUMIEU Analyse Supérieure
M. A. POTIER Chimie Minérale
M. R. LAFONT Physique
M. R. JACQUIER Chimie
M. J. FALGUEIRETTES Minéralogie
Mme J. CHARLES Mathématiques
M. P. CAILLON Physique
M. J. ROUZAUD Chimie
M. Ch. SAUVAGE Botanique

PROFESSEURS SANS CHAIRE -

Mme M. de POUCQUES Botanique (C. S. U.)
M. P. MURAOUR Géophysique Appliquée
Mme M. LAFON Mathématiques
M. M. MATTAUER Géologie
M. G. TOURNE Chimie

M. L. EUZET		Zoologie (C. S. U.)
M. J. REMY		Géologie
Mme G. VERNET		Biologie Animale
M. H. ANDRILLAT		Astronomie
M. P. DEMANGEON		Géologie
M. A. BONNET		Botanique
M. A. SAVELLI		Physique
M. H. CHRISTOL		Chimie
M. J. P. LAFON		Mathématiques
M. C. DELOUPY		Physique
M. L. GRACBAST		Botanique

MAITRES DE CONFERENCES -

Mme Ch. DUBOUL-RAVAZET		Géologie (C. S. U.)
M. E. GROUBERT		Physique
Mme H. CUASTALLA		Biologie Physico-Chimique
M. A. STUMPER		Psychophysiologie
M. G. LAMOTY		Chimie
M. R. CAUPRES		Chimie
M. F. PROUST		Géologie
M. A. BASSOMPIERRE		Physique
M. A. MARTINEAU		Mathématiques
M. R. MARTY		Physiologie Animale
M. M. MAURIN		Chimie
M. M. BOURDU		Physiologie Végétale
M. J. J. SOULIER		Chimie (C. S. U.)
M. J. PARIS		Biologie Animale (C. S. U.)
M. DELORME		Physique (C. S. U.)

CHARGES D'ENSEIGNEMENT -

M. LEFRANC		Mathématiques
M. A. STURER		Mathématiques
Melle A. FUILLET		Mathématiques (C. S. U.)
M. P. MOLINO		Mathématiques (C. S. U.)

SECRETAIRE PRINCIPAL -

M. E. SLAU

- AVANT-PROPOS -

Je ne saurais trop exprimer toute ma gratitude à Monsieur le Professeur SALVINIEN qui a bien voulu me diriger et m'orienter dans mon travail avec la compétence et la rigueur qui sont son apanage. En présidant ce jury de thèse, M. le Professeur SALVINIEN m'accorde un très grand honneur.

Ma reconnaissance et mes plus vifs remerciements vont à Messieurs les Professeurs VIELES et CHALIN pour l'intérêt qu'ils ont témoigné à mon travail et pour avoir accepté de siéger à ce jury.

Je remercie vivement Monsieur P. VIALLET, Maître Assistant dont l'aide des plus fructueuses m'a permis de progresser rapidement.

Grâce aux moyens accordés par la Société Nationale des Pétroles d'Aquitaine, j'ai pu réaliser ce travail. Je me dois de remercier Monsieur FEGER, Directeur Général Adjoint, et Monsieur RUTMAN, Directeur, pour l'aide technique qu'ils ont bien voulu me donner.

Mes remerciements vont également à Monsieur TERNISIEN, Administrateur du Centre de Recherches de PAU, à Monsieur REY, Administrateur-Adjoint, et à Monsieur VACHER, Chef du Groupe Forage-Production, qui ont bien voulu mettre à ma disposition les Laboratoires et appareils dont j'avais besoin.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude et mes plus vifs remerciements à Monsieur F. LAZARRE, Chef du Service Physique des Fluides, dont la compétence, la grande expérience et le temps qu'il a bien voulu me consacrer m'ont permis de mener rapidement à bien ce travail.

Je remercierai, en particulier, Messieurs A. VERON, CAMPAYS, et tous les techniciens du laboratoire PVT dont le concours spontané m'a permis de travailler dans un climat de sympathie.

Enfin, je remercie tous ceux, ingénieurs, techniciens et employés du Centre de Recherches de PAU, qui m'ont accordé leur collaboration.

SOMMAIRE

- INTRODUCTION -

- 1) - Définition générale de la viscosité
- 2) - Loi de Poiseuille
- 3) - Aperçu sommaire des théories sur la viscosité des gaz
Bibliographie

- CHAPITRE I - REVUE BIBLIOGRAPHIQUE DES METHODES DE MESURE DE LA VISCOSITE DE FLUIDES COMPRIMES -

- 1) - Viscosimètres basés sur la loi de Poiseuille
- 2) - Viscosimètres basés sur la loi de Stokes
- 3) - Viscosimètres basés sur la méthode de Couette-Margules
- 4) - Viscosimètres basés sur la méthode de Coulomb
- 5) - Viscosimètres basés sur la méthode de Flowers
- 6) - Autres méthodes
Bibliographie

- CHAPITRE II - CHOIX DE LA METHODE - CONCEPTION ET FONCTIONNEMENT DE L'APPAREIL -

- 1) - Critiques des méthodes
- 2) - Conception et fonctionnement de l'appareil. Description du viscosimètre
- 3) - Etablissement de la loi d'écoulement
Calcul
Nomenclature des notations

- CHAPITRE III - LE VISCOSIMETRE - CONCEPTION ET REALISATION -

- 1) - Dispositif surpresseur électromagnétique
- 2) - Tube capillaire
- 3) - Dispositif de détecteur du mouvement

- CHAPITRE IV - LA CELLULE HAUTE PRESSION ET APPAREILLAGE ANNEXE -

- 1) - La cellule
- 2) - Dispositif de mesure des temps d'écoulement
- 3) - Le banc de pression
- 4) - Bain thermostatique
- 5) - Armoire électrique

- CHAPITRE V - ETUDE COMPAREE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX -

- 1) - Etalonnage de l'appareil
- 2) - Résultats expérimentaux - Comparaisons avec les données de la littérature
- 3) - Théorie d'ENSKOG - Principe des Etats Correspondants
Application au calcul de la viscosité du méthane comprimé
- 4) - Comparaison des valeurs calculées avec les résultats expérimentaux - Conclusion

- CONCLUSIONS et RESUME

INTRODUCTION

=====

DEFINITION GENERALE DE LA VISCOSITE

LOI DE POISEUILLE - APERÇU SUR LES THEORIES

DE LA VISCOSITE DES GAZ

INTRODUCTION

1. - DEFINITION GENERALE DE LA VISCOSITE

2. - LOI DE POISEUILLE

a) Expression de la loi de POISEUILLE

b) Démonstration

c) Cas des gaz

3. - APERÇU SOMMAIRE DES THEORIES SUR LA VISCOSITE DES GAZ

BIBLIOGRAPHIE

INTRODUCTION

La connaissance du coefficient de viscosité s'avère capitale autant pour la recherche fondamentale que pour résoudre un certain nombre de problèmes de l'industrie.

Plus précisément, la détermination du coefficient de viscosité s'avère très intéressante dans le domaine des hautes pressions où les données expérimentales font défaut. Ceci est dû aux difficultés technologiques que présentent ces mesures, en particulier, lorsqu'il s'agit de fluides corrosifs.

Sur le plan théorique, la connaissance du coefficient de viscosité et de sa variation en fonction de la température permet d'obtenir de précieux renseignements. On peut ainsi disposer des éléments nécessaires au calcul des forces d'action moléculaires, ou à celui des diamètres moléculaires et du libre parcours moyen.

Sur le plan technique, ce coefficient intervient dans tous les problèmes d'hydrodynamique des fluides réels et dans l'étude des paramètres des phénomènes d'écoulement dans les canalisations. Dans le cas très particulier du gaz de LACQ qui nous a été demandé d'étudier, la connaissance du coefficient de viscosité s'avère nécessaire pour l'exploitation rationnelle du réservoir ainsi que pour le calcul des paramètres des canalisations de production et de distribution. Or, dans le réservoir, le gaz se trouve à des pressions et températures relativement élevées (plus de 600 bars et 140°C) qu'il faut, en principe, reproduire au laboratoire. De plus, il est fortement corrosif de par sa forte teneur en gaz acides : 15 % H_2S , 10 % CO_2 , quelques millièmes de vapeur d'eau (le reste étant des hydrocarbures), ce qui complique le problème, en limitant le choix des matériaux utilisables. Ces données (haute pression, agressivité du fluide) nous ont amené à concevoir un viscosimètre dans lequel le gaz ne serait en contact qu'avec des matériaux pratiquement inaltérables (acier inoxydable, verre, téflon, platine, etc...) et basé sur une méthode bien adaptée à l'étude d'un fluide relativement peu visqueux. Notre méthode de mesure est basée sur la loi de POISEUILLE, très bien connue des points de vue mathématique et physique et qui s'avère pratiquement la plus commode pour l'étude des gaz.

1. - DEFINITION GENERALE DE LA VISCOSITE

Considérons une couche gazeuse mince comprise entre un plan fixe oxy et un plan mobile o'x'y', situé à la cote h par rapport au plan oxy, se déplaçant parallèlement au plan oxy, à une vitesse uniforme $\vec{u}$ parallèle à ox.

On montre que, quel que soit le fluide étudié, il existe une force d'entraînement transmise par le fluide qui s'exerce sur oxy et tend à l'entraîner suivant la direction et le sens de $\vec{u}$. Cette propriété du fluide est la viscosité.

L'observation des résultats obtenus en étudiant la viscosité justifie les hypothèses suivantes :

- la couche à la cote z, comprise entre 0 et h, est entraînée à la vitesse $\vec{u}_z$:

$$\vec{u}_z = A.z \quad \text{où } A = \text{Cte} \quad (1)$$

$$\frac{d\vec{u}_z}{dz} = A \quad \text{ou gradient de vitesse.} \quad (2)$$

- la force d'entraînement subie par la couche de cote z est proportionnelle aux surfaces en regard et au gradient des vitesses :

$$f_z = \eta . S . \frac{du_z}{dz} \quad (3)$$

Cette équation constitue l'hypothèse fondamentale de NEWTON (1). On peut donc définir le coefficient de viscosité η comme la force nécessaire pour maintenir par unité de surface entre deux plans parallèles séparés par l'unité de distance une différence de vitesse égale à 1.

Notons que cette définition du coefficient de viscosité implique que le régime d'écoulement soit laminaire, c'est-à-dire, que la direction du mouvement étant la même pour tous les points, les particules possèdent toutes une vitesse égale et parallèle à la direction de ce mouvement.

Mais il est difficile a priori de se rendre compte si l'écoulement reste laminaire, lorsque l'une des variables, par exemple la pression, prend une valeur très élevée. POISEUILLE avait d'ailleurs noté certaines exceptions à sa loi générale.

C'est REYNOLDS (2, 3) qui a démontré que cette anomalie était due au passage de l'écoulement laminaire à l'écoulement turbulent.

Les travaux de REYNOLDS montrent que l'écoulement d'un fluide de densité ρ dans un tube peut se caractériser par sa vitesse v et le diamètre d du tube. Il démontre que le rapport entre les forces de viscosité et celles dues aux accélérations dépend d'un nombre sans dimension R :

$$R = \frac{v d \rho}{\eta} \quad \text{appelé nombre de REYNOLDS}$$

La transition entre l'écoulement laminaire et l'écoulement turbulent est atteinte quand R prend des valeurs voisines de 2.000.

La vitesse critique vaut alors :

$$v_c = \frac{2000}{d} \cdot \frac{\eta}{\rho} = \frac{2000}{d} \nu$$

expression dans laquelle

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}$$

est la viscosité cinématique.

Généralement, on maintient la vitesse au-dessous d'une valeur telle que $R \leq 1400$ pour éviter le régime turbulent.

2. - LOI DE POISEUILLE

La loi de POISEUILLE, relative à l'écoulement laminaire d'un fluide dans un tube capillaire, résulte directement de la formule (3) de définition du paragraphe précédent. Comme nous le verrons, c'est elle qui sert de base à toutes nos mesures. Il nous a donc paru nécessaire de rappeler sa démonstration, ne serait-ce que pour mieux préciser ses limites de validité.

a) Expression de la loi de POISEUILLE

Considérons un tube capillaire cylindrique de longueur l et de diamètre intérieur uniforme d . Réalisons un régime d'écoulement laminaire permanent du fluide dans le capillaire en établissant, entre les deux extrémités de celui-ci, une différence de pression $\Delta P = p_0 - p_1$. Pendant le temps t , la quantité Q de fluide qui s'écoule est donnée par la loi de POISEUILLE :

$$Q = K \frac{\Delta P d^4}{4 L} \cdot t \quad (1)$$

K désigne une constante numérique que nous expliciterons.

b) Démonstration

A l'intérieur du tube capillaire, par raison évidente de symétrie, les lames du fluide qui glissent les unes sur les autres sont des couronnes cylindriques de même axe que le tube. Il est donc naturel de définir un point M d'une section normale au tube par sa distance r à l'axe qui varie depuis $r = 0$ (point de l'axe) jusqu'à $r = r_0$, r_0

désignant le rayon intérieur du capillaire. La lame infiniment mince de rayon r_0 collée au tube est immobile. Sa vitesse v est nulle. La vitesse est maximum au centre du tube, c'est-à-dire, pour $r = 0$.

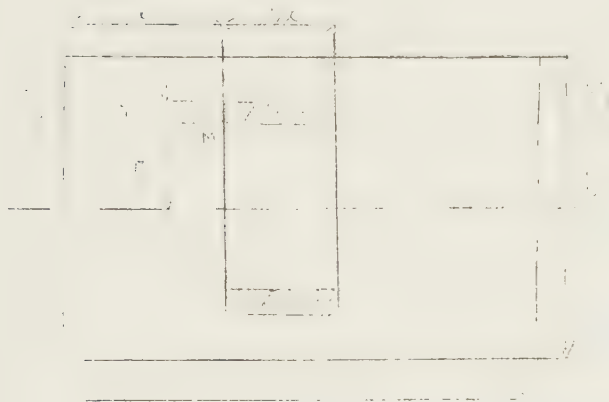


fig. 1

Pour mesurer les abscisses x le long du tube, prenons comme origine son extrémité sur laquelle s'exerce la pression la plus élevée p_0 . La pression p diminue régulièrement de p_0 à p_1 lorsqu'on passe de $x = 0$ à $x = l$. On appelle perte de charge $\overline{w}$ par unité de longueur en un point du capillaire le rapport $\overline{w} = - dp/dx$.

Soit alors, à l'intérieur du capillaire, une couronne élémentaire de rayon intérieur r , de rayon extérieur $r + dr$, de section droite $dS = 2\pi r dr$, et de hauteur dx (figure 1).

La chute de pression, le long de cette couronne élémentaire, est $\overline{w} dx$. Par conséquent, la force motrice qui tend à faire écouler le fluide dans l'espace limité par la couronne est :

$$df_m = \overline{w} dx dS = 2\pi r \overline{w} dr dx \quad (2)$$

A cette force motrice s'oppose la résultante dR des forces de frottement visqueux qui, dans un régime permanent à vitesse v uniforme, est égale et directement opposée à df_m . Elle résulte :

1°/ d'une force d'entraînement df_1 due au glissement, contre la couche interne de la couronne, de la lame intérieure immédiatement en contact avec elle. Cette dernière a une vitesse plus élevée de sorte que df_1 a même sens que df_m . Son intensité est :

$$df_1 = -\eta \times 2\pi r dx \frac{dv}{dr} = -2\pi\eta dx r \frac{dv}{dr} \quad (3)$$

en tenant compte du fait que dv/dr est négatif.

2°/ d'une force retardatrice df_2 due au frottement, contre la couche externe de la couronne, de la lame extérieure immédiatement en contact avec elle. Elle est dirigée en sens inverse de df_m . Son intensité est :

$$df_2 = -2\pi\eta dx \left[r \frac{dv}{dr} + d\left(r \frac{dv}{dr}\right) \right] \quad (4)$$

La grandeur de la résultante a pour expression :

$$dR = df_2 - df_1 = -2\eta dx d\left(r \frac{dv}{dr}\right) \quad (5)$$

ou :

$$dR = -2\pi\eta \left\{ \frac{d}{dr} \left(r \frac{dv}{dr} \right) \right\} dx dr \quad (6)$$

Quand l'équilibre dynamique est atteint, $df_m = dR$, soit :

$$\frac{d}{dr} \left(r \frac{dv}{dr} \right) = -\frac{\Omega}{\eta} r \quad (7)$$

Intégrons deux fois de suite par rapport à r . On obtient :

$$r \frac{dv}{dr} = -\frac{\Omega}{4} \frac{r^2}{2} + a$$

ou :

$$\frac{dv}{dr} = - \frac{\bar{w}}{\eta} \frac{r}{2} + \frac{a}{r} \quad (8)$$

puis :

$$v = - \frac{\bar{w}}{4} \frac{r^2}{\eta} + a \log r + b \quad (9)$$

Puisque v n'est pas infini pour $r = 0$, la constante a est forcément nulle. Pour $r = r_0 = d/2$, $v = 0$. Donc $b = d^2/16$. L'expression de la vitesse est donc :

$$v = \frac{\bar{w}}{4\eta} \left(\frac{d^2}{4} - r^2 \right) \quad (10)$$

et le débit du fluide à travers la couronne :

$$dD = 2 \pi r dr \times v = \frac{\pi \bar{w}}{2\eta} \left(\frac{d^2}{4} r - r^3 \right) dr \quad (11)$$

D'où le débit total à travers le tube :

$$D = \int_0^{d/2} \frac{\pi \bar{w}}{2\eta} \left(\frac{d^2}{4} r - r^3 \right) dr = \frac{\pi \bar{w} d^4}{128 \eta} \quad (12)$$

Pour un liquide, qui est pratiquement incompressible, la variation de p avec x est linéaire. Autrement dit, $\bar{w}$ est constant et égal à $\Delta P/l$. La formule (12) peut alors s'écrire :

$$D = \frac{\pi}{128} \frac{\Delta P d^4}{\eta l} = \frac{\pi}{8} \frac{\Delta P r_0^4}{\eta l} \quad (13)$$

Pendant le temps t , la quantité de liquide qui s'écoule est :

$$Q = Dt = \frac{\pi}{128} \frac{\Delta P d^4}{\eta l} t = \frac{\pi}{8} \frac{\Delta P r_0^4}{\eta l} t \quad (14)$$

On retrouve bien la loi (1) de POISEUILLE dont le coefficient numérique $K = \pi/128$ se trouve précisé.

c) Cas des gaz

Dans le cas d'un gaz, fluide compressible, la masse volumique ρ varie avec la pression. La fonction $p = f(x)$ n'est plus linéaire, de sorte que la perte de charge Δp n'est pas constante. Mais ses variations sont négligeables dans une tranche de faible épaisseur du tube. Pour cette tranche, les calculs précédents restent valables jusqu'à la formule (12) incluse. Celle-ci peut alors s'écrire :

$$\Delta p = \frac{128}{\pi} \frac{\eta D}{d^4} = - \frac{dp}{dx} \quad (15)$$

dp désignant l'augmentation algébrique de pression le long de la tranche d'épaisseur dx .

Le débit volumétrique, $D = dV/dt$ varie d'un point à l'autre du tube quand le régime permanent est établi, tandis que le débit massique est constant. Il est donc naturel de ramener les débits volumétriques à la valeur moyenne D_m qu'ils auraient sous la pression moyenne :

$$p_m = \frac{p_0 + p_1}{2} \quad (16)$$

Or, la surpression $\Delta P = p_0 - p_1$ est toujours faible, de sorte que p_m reste très voisine de p . Même si le gaz n'est pas parfait, nous avons le droit de lui appliquer la loi de MARIOTTE entre les pressions p et p_m , ce qui donne :

$$D = D_m \frac{p_0 + p_1}{2 p} \quad (17)$$

Remplaçant D par sa valeur (17) dans la formule (15) on obtient :

$$- p dp = \frac{128}{\pi} \frac{\eta}{d^4} \frac{p_0 + p_1}{2} D_m dx \quad (18)$$

Ou, en intégrant d'une extrémité à l'autre du tube :

$$\frac{1}{2} \left(p_0^2 - p_1^2 \right) = \frac{128}{\pi} \frac{\eta}{d^4} \frac{p_0 + p_1}{2} D_m L \quad (19)$$

Divisant les deux membres par $p_0 + p_1$ on obtient, après arrangement et en se souvenant que $P = p_0 - p_1$:

$$D_m = \frac{\pi}{128} \frac{\Delta P d^4}{\eta L} = \frac{\pi}{8} \frac{\Delta P r_0^4}{\eta L} \quad (20)$$

Ainsi, à condition de mesurer les volumes gazeux sous la pression moyenne du capillaire, le débit volumétrique D_m est donné à nouveau par la loi de POISEUILLE. Le débit massique est évidemment :

$$D' = \frac{d\mu}{dt} = (D_m \quad (21)$$

Dans le faible intervalle de pressions ΔP du capillaire, nous pouvons appliquer la loi des gaz réels sous la forme :

$$p_m V = Z R T \quad (22)$$

Z étant, à basse pression, un coefficient inférieur à l'unité (sauf cas particulier de l'hélium, de l'hydrogène et du néon), appelé facteur de compressibilité. Z est fonction de la pression mais reste pratiquement constant pour de petites variations de celle-ci. On en déduit :

$$\rho = \frac{M}{V} = \frac{p_m M}{Z R T} \quad (23)$$

M désignant la masse moléculaire du gaz étudié.

D'autre part, $d\mu = M dn$, dn étant le nombre de moles débitées pendant le temps dt . D'après la relation :

$$pV = n Z R T \quad (24)$$

on a :

$$d\mu = M \frac{d(pV)}{Z R T} \quad (25)$$

Z est le même que dans les formules (22) ou (23) à condition, bien entendu, que p soit voisine de p_m , par exemple comprise entre p_0 et p_1 . Portant les valeurs (20) de D_m , (23) de ρ et (25) de d dans l'équation (21) on obtient, après simplification :

$$\frac{d(pV)}{dt} = \frac{\pi r_0^4}{8 \eta} p_m \frac{\Delta P}{L} \quad (26)$$

C'est la formule (26) que nous appliquerons dans l'étude théorique de notre viscosimètre.

3. - APERCU SOMMAIRE DES THEORIES SUR LA VISCOSITE DES GAZ

La théorie cinétique des gaz élaborée par MAXWELL (5) montre que :

$$\eta = \frac{1}{3} \rho \bar{c} \bar{l}$$

où $\bar{c}$, $\bar{l}$ et ρ représentent respectivement la vitesse moyenne, le libre parcours moyen moléculaire, la masse volumique et le coefficient de viscosité.

Mais par la suite, MAXWELL (4), BOLTZMANN (5), CHAPMAN (6) et ENSKOG (7) reprennent les calculs et ils aboutissent à la relation :

$$\eta = k \rho \bar{c} \bar{l}$$

avec :

$$k = 0,350 \text{ d'après BOLTZMANN}$$

$$k = 0,499 \text{ d'après CHAPMAN}$$

Examinons la relation $\eta = k \rho \bar{c} \bar{l}$. $\bar{l}$ étant inversement proportionnel à la masse volumique ρ , le produit $\rho \bar{l}$ est constant. De plus, on sait que $\bar{c}$ ne dépend que de la température. Par conséquent, on arrive à ce résultat surprenant : la viscosité η est indépendante de la pression.

Ce résultat a été parfaitement vérifié par l'expérience, en particulier par MAXWELL, dans une gamme de pressions voisines de la pression atmosphérique. Malheureusement, aux fortes et aux faibles pressions, il ne se vérifie plus. Pour les faibles pressions, KNUDSEN (12) en a donné la raison, liée à l'augmentation des libres parcours moyens des molécules. Pour les hautes pressions, on n'a pas le droit de négliger les interactions moléculaires.

Comme la théorie cinétique des gaz ne pouvait être appliquée aux fortes pressions, ENSKOG (8) la modifia et développa une théorie cinétique des gaz comprimés (théorie d'ENSKOG). Les hypothèses fondamentales de cette nouvelle théorie sont que le gaz est constitué par des molécules assimilables à des sphères rigides et qu'il n'y a pas de force d'attraction résultante entre ces sphères.

ENSKOG pense que la pression agissant sur une molécule est la somme de la pression externe, due à l'enceinte, et de la pression interne qui représente la force de cohésion des molécules. Cette pression résultante, appelée également pression thermique, est celle qu'il emploie quand il assimile un gaz réel à un gaz composé de sphères rigides.

MICHELS et GIBSON (9), afin de vérifier la véracité de la théorie d'ENSKOG, comparent leur valeur trouvée pour la viscosité de l'azote à 50°C jusqu'à 1000 bars avec les valeurs trouvées par la théorie d'ENSKOG. La comparaison est très satisfaisante, puisqu'il y a accord à 5 % à 50 bars et à 0,2 % à 1000 bars, entre les valeurs expérimentales et les valeurs calculées.

VERMESSE et VODAR (10) comparent leurs résultats (l'azote et l'argon) jusqu'à 5000 bars avec ceux donnés par la théorie d'ENSKOG et ils observent un très bon accord pour l'argon mais un léger écart avec l'azote. Ils expliquent cet écart par le fait que l'argon peut davantage être comparé à un gaz constitué de sphères rigides que l'azote qui est un gaz moléculaire.

D'après HIRSCHFELDER (11), la théorie d'ENSKOG est actuellement la plus complète pour les gaz composés de sphères rigides et son application aux gaz réels marque un très grand progrès dans la théorie des gaz comprimés.

Pour l'étude des mélanges complexes tels que les gaz naturels (hydrocarbures et azote, CO_2 , H_2S , He), certains auteurs ont tenté d'employer le principe des états correspondants. Ceci les a amené à calculer des valeurs pseudo-critiques pour la température et la pression et à tracer des abaques en fonction de ces valeurs et des données expérimentales obtenues à partir de gaz de composition connue. En particulier, KAMERLINGH ONOP (13) a suggéré que la viscosité réduite était une fonction de la pression réduite et de la température réduite seulement. Ce mode de calcul des viscosités aux hautes pressions est facilité grâce aux tables de HOUGEN et de WATSON (14) donnant les viscosités réduites.

En fait, ce traitement des résultats s'il permet de disposer de valeurs approchées en cas de besoin, ne peut pas être considéré comme basé sur des travaux théoriques satisfaisants.

De ce qui précède, on peut conclure que la mesure de la viscosité est une entreprise délicate aggravée encore quand le paramètre pression prend des valeurs élevées. De plus, il s'avère qu'aucune théorie entièrement satisfaisante n'a pu encore être établie.

Nous avons essayé, pour notre part, en appliquant la loi de POISEUILLE et moyennant certaines hypothèses, de contribuer à la connaissance de la viscosité des gaz comprimés tels que l'azote, l'argon, le méthane et le gaz de LACQ.

- BIBLIOGRAPHIE -

1. NEWTON
 . Principes de Philosophie Naturelle, 1685, livre II, section VI
2. REYNOLDS
 . Phil. Trans., 1883, 174, 955
3. REYNOLDS
 . Phil. Trans., 1886, 177, 171
4. MAXWELL
 . Phil. Mag., 1860, 19, 20
5. BOLTZMANN
 . Wiener Ber., 1887, 94, 66
6. CHAPMAN
 . Phil. Trans. A, 1918, 217 A, 115
7. ENSKOG
 . Phil. Zs., 1911, 12
8. ENSKOG
 . "Kinetic Theory of Phenomena in Fairly Rare Gases"
 Dissertation, Upsala 1917
9. MICHELS, GIBSON
 . Proc. Roy. Soc., 1931, 134 A, 288
10. VERMESSE, VODAR
 . J. Chim. Phys., 1963, 60, 1407-1408

11. HIRSCHFELDER, CURTISS, BIRD
 . Molecular Theory of Gases and Liquids - Wiley 1954
12. KNUDSEN
 . Kinetic Theory of Gases - Wiley 1950
13. KAMERLINGH-ONNES
 . Ver. Akad., AMSTERDAM, 1881, 21, 8
14. HOUGEN, WATSON
 . Chem. Process Principles - Wiley 1947

CHAPITRE I

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE
DES METHODES DE MESURES DE LA VISCOSITE
DE FLUIDES COMPRIMES

I - REVUE BIBLIOGRAPHIQUE DES METHODES DE MESURES
DE LA VISCOSITE DES FLUIDES COMPRIMES

1. Viscosimètres basés sur la loi de POISEUILLE
2. Viscosimètres basés sur la loi de STOCKES
3. Viscosimètres basés sur la méthode de COUETTE-MARGULES
4. Viscosimètres basés sur la méthode de COULOMB
5. Viscosimètres basés sur la méthode de FLOWERS
6. Autres méthodes

Bibliographie

Les mesures de viscosité seront, par définition, des mesures dynamiques et la création du déplacement relatif du fluide, par rapport à une surface solide, constituera la principale difficulté dans l'étude de la viscosité.

Nous pouvons classer les méthodes de mesures de la viscosité des gaz suivant les lois ou techniques énoncées ci-dessous :

Loi de POISEUILLE

Loi de STOCKES

Méthode de COUETTE-MARGULES

Méthode de COULOMB

Méthode de FLOWERS

I - 1. LES VISCOSIMETRES BASES SUR LA LOI DE POISEUILLE

comportent un tube capillaire par où s'écoule, suivant un régime laminaire, le fluide à étudier.

Ces appareils sont de différents types qui se différencient par leur mode de création de la surpression ΔP . On peut les cataloguer en :

- a) Ceux qui créent la surpression par le fluide lui-même - type pipette.
 - b) Ceux qui utilisent une charge - constante ou variable - de mercure.
 - c) Ceux qui nécessitent un dispositif surpresseur mécanique.
- a) Appareils du type pipette :

Ces appareils nécessitent la présence de 2 phases de densités différentes liquide et gazeuse. Ici, la surpression est créée par une charge du liquide à étudier. Ils sont utilisés pour les mesures à pression atmosphérique. Si on veut étudier des viscosités sous pression, il faut alors employer des liquides saturés du gaz surpresseur. Le mode de détection du mouvement, c'est-à-dire le repérage de l'écoulement, ne peut s'effectuer qu'à travers des fenêtres d'observation, ce qui limite considérablement la pression d'emploi de ces appareils, puisque le fluide n'est pas conducteur

de l'électricité. Dans la littérature, on ne trouve qu'un seul de ces rares appareils décrit qui est celui de SWEARINGEN et REDDING (15) qui l'ont employé jusqu'à 250 Bars.

b) Appareils à charge de mercure :

Ils ont été les plus employés pour l'étude des gaz fortement comprimés. Mais, du fait qu'ils utilisent le mercure pour créer la surpression, ils présentent de nombreux inconvénients :

- On ne peut pas étudier les fluides qui réagissent avec le mercure.
- Il ne faut pas que le mercure soit dans des zones froides ou chaudes. Pour cela, il ne faudrait porter que le tube capillaire à la température de travail et maintenir le mercure à la température ambiante.

Cependant, ces appareils présentent le précieux avantage de permettre, grâce au mercure, une détermination électrique précise, à l'intérieur de l'enceinte sous pression, des niveaux et des débits.

D'autre part, on peut réaliser des surpressions importantes, avec de faibles dénivellations de mercure, sans grande difficulté.

Plusieurs de ces appareils ont été étudiés par différents auteurs, ils ne diffèrent entre eux que par la méthode de création de la surpression, après retour à l'équilibre.

C'est ainsi que :

- MICHELS et ses collaborateurs se servent de la compressibilité du gaz enfermé dans le viscosimètre pour provoquer la dénivellation du mercure qui crée la surpression. En effet, une brusque augmentation de pression entraîne une injection du mercure disposé à la base du viscosimètre ; le mercure s'élève dans les 2 branches de l'appareil où est disposé dans l'une le capillaire. La dénivellation ainsi produite provoque un ΔP de 1 bar environ.

Cette méthode a permis d'étudier l'azote jusqu'à 1000 Bars, l'argon jusqu'à 2000 Bars ainsi que l'hydrogène, le deutérium et le gaz carbonique, (9, 16, 17, 18), à des températures allant jusqu'à 125°C.

- KUSZ (19) crée la surpression par enfoncement d'un noyau mobile dans le réservoir inférieur contenant le mercure. Le fluide s'écoule alors lentement dans la branche capillaire. Un volume de mercure, à peu près égal à celui du noyau, s'élève dans la branche non capillaire jusqu'à dépasser le niveau des contacts de mesures et le viscosimètre est alors prêt pour une mesure.

Il a ainsi étudié l'hydrogène et le méthane jusqu'à 600 Bars entre 25 et 80°C.

- PAVLOVICH et TIMROT (20) provoquent la surpression par le basculement d'un tube semi-circulaire contenant du mercure et prolongé par un tube capillaire. Ils emploient ainsi une méthode similaire à celle de HYDE (21).

- EAKIN et ELLINGTON (22) utilisent un appareil semblable à celui de HYDE. Leur appareil est à inclinaison variable et, grâce à un robinet haute pression, il court-circuite le capillaire, afin de revenir plus rapidement à la position de travail. Pour détecter le temps d'écoulement, ils utilisent le mercure avec des contacts électriques. Ils ont pu ainsi étudier le propane et l'éthane jusqu'à 700 Bars.

- WESTMORELAND (23) utilise un appareil de réalisation très complexe utilisant une charge constante. Il a étudié les gaz de combustion à haute température.

- Appareils dérivés de celui de RANKINE (24) : ils sont essentiellement caractérisés par un index de mercure circulant par gravité dans la partie rectiligne d'un tube semi-capillaire prolongé par un tube capillaire de mesure. Des auteurs (25, 26, 27) emploient cet appareil sous pression en le plaçant dans une enceinte pouvant être retournée afin de répéter la mesure. Ces appareils ont été utilisés jusqu'à 700 Bars.

- LAZARRE et VODAR (28) créent la surpression par le déplacement, à l'aide d'une bobine électromagnétique, d'un plongeur immergé dans le mercure. Le mercure s'écoule dans un tube capillaire (interchangeable) en pyrex enfermé dans une enceinte laboratoire, entièrement remplie du gaz à étudier. Ils ont pu ainsi étudier l'azote jusqu'à 3000 Bars à des températures de 25, 50 et 75°C.

- VERMESSE, JOHANNIN et VODAR (29), avec un viscosimètre inspiré de celui de LAZARRE et VODAR, étudient l'azote jusqu'à 5000 Bars, à des températures de 25 et 50°C.

Ils créent la surpression par une charge de mercure, par un système de 2 siphons à mercure reliés par un tube capillaire en pyrex. La détection s'effectue grâce à un contact électrique mobile.

C'est avec ce type d'appareil que CARR (26) a étudié le méthane et des gaz naturels jusqu'à 700 Bars, entre 30 et 125°C. Cependant que BARON, ROFF et WELLS l'ont utilisé pour l'étude de l'azote et des hydrocarbures légers jusqu'à 560 Bars, entre 50 et 135°C (27).

c) Appareils nécessitant un dispositif surpresseur mécanique :

α) Ceux dont le tube capillaire est métallique

Le fluide passe d'un réservoir à la pression P_A à un réservoir à la pression P_B , par l'intermédiaire d'un capillaire métallique aux extrémités duquel agit la pression $\Delta P = P_A - P_B$.

En général, le capillaire est branché directement à la source de pression élevée (bouteille de gaz) et la détente s'opère à pression atmosphérique.

Ils ont les inconvénients de nécessiter des débits importants et des surpressions élevées, ce qui entraîne l'utilisation de capillaires très longs, parfaitement calibrés et très difficiles à maintenir à température constante.

C'est grâce à cette méthode que SAVINO et SIBITT ont étudié l'azote à 25°C, entre 50 et 270 Bars (30).

β) Ceux dont le tube capillaire est en verre

ROSS et BROWN (31) ont réalisé un ingénieux appareil disposé dans une enceinte à haute pression. Ils créent la surpression par 2 soufflets métalliques reliés par le tube capillaire. La mise en tension des soufflets s'effectue mécaniquement de l'extérieur au moyen d'une tige traversant un presse-étoupe. La détection du déplacement de l'ensemble soufflets-capillaire s'effectue au moyen de contacts électriques.

Ils ont ainsi étudié l'azote, le méthane et l'hélium jusqu'à 700 Bars, entre - 50° et + 25°C.

I - 2. VISCOSIMETRES BASES SUR LA LOI DE STOCKES

a) Rappel de la loi de STOCKES

STOCKES a démontré en étudiant la chute libre d'une bille, dans un fluide de viscosité η , qu'au bout d'un certain temps elle prend une vitesse constante v qui peut être reliée à la viscosité par la relation :

$$f = 6 \pi \eta r v$$

où f est la résistance rencontrée par la bille dans sa chute et r le rayon de la bille.

En particulier, si D représente la densité de la bille

ρ la densité du fluide

T le temps de chute entre 2 repères fixes,

on obtient : $\eta = K T (D - \rho)$

avec K constante de l'appareil.

Pour établir cette loi, STOCKES a émis un certain nombre d'hypothèses. Il a supposé que :

- 1) Le mouvement de la sphère dans le fluide n'est pas rapide

Pour des valeurs du nombre de REYNOLDS de l'ordre de 0,05, la précision de la mesure est de 1 %. Au-dessus de cette valeur, les coefficients de viscosité trouvés se révèlent trop élevés.

- 2) Le liquide est infini

JONES (32) et ALLEN (33) montrent qu'une correction doit être apportée pour tenir compte de l'effet de paroi.

3) Le liquide est homogène

Cette hypothèse est vérifiée avec les liquides réels. Cependant, pour certains liquides colloïdaux, la viscosité apparente varie avec le gradient de vitesse.

4) La sphère est indéformable

Si l'on ne tient pas compte de l'élasticité de la sphère, cette hypothèse est satisfaite.

5) Le mouvement est uniforme

BARR (34) montre qu'afin de diminuer la turbulence il faut laisser la bille tomber au-delà d'une distance supérieure à 6 fois son diamètre.

6) Il n'y a pas de glissement

ARNOLD (35) se servant de plusieurs sphères de poli superficiel différent confirme cette hypothèse.

b) Les appareils

Un obstacle constitué par un cylindre ou une sphère tombe dans le fluide à étudier. Ce type d'appareil est surtout appliqué à l'étude de liquides très fortement comprimés : 3000 Bars (36, 37, 38), 12000 Bars et même 30000 Bars, par BRIDGMAN (39, 40).

Les séries de mesures s'effectuent par basculement de l'enceinte.

Cependant, SUGE (41) préfère disposer au sommet de la cellule d'une réserve d'une vingtaine de billes plutôt que de renverser l'enceinte.

KUSZ (42) préfère remonter les billes après leur chute, au moyen d'une tige munie d'un électro-aimant.

La détection des temps de chute utilise des amplificateurs électroniques comportant des circuits oscillants, perturbés par le passage de la bille. Il a pu ainsi étudier jusqu'à 2000 Bars la viscosité d'alcools et d'halogénures d'alcoyles.

HEIKS et ORBAN préfèrent utiliser comme corps chute une petite plume radioactive dont le passage par des points fixes est détecté par des chambres d'ionisation (43). Ils ont pu ainsi étudier le benzène de 90°C jusqu'aux conditions critiques (288°C et 50 Bars).

ROUX et MALOUBIER (44) ont étudié des huiles minérales de - 40° à + 125°C, jusqu'à 1000 Bars. La chute du plongeur est détectée par un système électromagnétique.

KLEINSCHMIDT, BRADBURY et MARK (45) ont fait une longue étude portant sur environ 40 fluides (huiles et corps purs à propriétés lubrifiantes), à l'aide d'un appareil du type utilisé par BRIDGMAN, jusqu'à 15000 Bars.

Notons que ces types d'appareils sont difficilement applicables à l'étude des gaz, par suite des difficultés rencontrées pour créer un régime laminaire.

I - 3. VISCOSIMETRES BASES SUR LA METHODE DE COUETTE-MARGULES

Ce sont des viscosimètres à cylindres coaxiaux où la mesure de la viscosité se traduit par une mesure de couple. Ils sont généralement utilisés à pression atmosphérique pour l'étude des fluides non newtoniens.

L'étude théorique du mouvement d'un fluide entre deux cylindres concentriques a été faite par COUETTE (46). Pour cela, il dispose d'un appareil à rotation formé de deux cylindres concentriques de diamètres presque identiques.

Le cylindre extérieur tourne autour de son axe vertical ; le cylindre intérieur, plus petit, est suspendu à un fil d'acier. Dans ces conditions, le liquide remplit l'espace annulaire où il est entraîné par la rotation du vase extérieur. Pour maintenir au repos le cylindre intérieur, un couple produit par la rotation du fil auquel le cylindre est suspendu est nécessaire.

En écrivant que le moment m de la force motrice est égal au moment dû à la résistance visqueuse, on a :

$$m = 2 \pi r L \left(r \frac{d\omega}{dr} \right) r = 2 \pi L \int r^3 \frac{d\omega}{dr} \quad (1)$$

Tous calculs faits et tenant compte des conditions aux limites, on trouve :

$$m = 4 \pi L \frac{R_1^2 R_2^2}{R_2^2 - R_1^2} \eta \Omega = K \eta \Omega \quad (2)$$

avec R_1 = rayon du cylindre intérieur

R_2 = rayon du cylindre extérieur

L = longueur du cylindre

η = coefficient de viscosité

Ω = vitesse angulaire

K = constante de l'appareil.

D'après la relation (2), la mesure de la viscosité se ramène donc à celle de m (moment dû à la force visqueuse) et de Ω . Ceci suppose, évidemment, que les dimensions du viscosimètre (schématisées par K) sont connues.

La valeur du moment m est mesurée en déterminant l'angle de déviation α du cylindre suspendu à un fil de moment élastique E . Dans ces conditions :

$$E \alpha = K \eta \Omega \quad \text{et comme } E = C^{\text{te}}$$

$$\alpha = K' \eta \Omega$$

ce qui montre que l'angle de déviation est proportionnel à la vitesse angulaire.

Limites de validité

- Afin d'assurer un régime laminaire, il est nécessaire que le nombre de REYNOLDS, calculé ici par COUETTE par l'expression :

$$R = \frac{C R_1 (R_2 - R_1)}{\eta}$$

soit inférieur à 1900, ce qui suppose de ne pas dépasser une vitesse angulaire limite ou vitesse critique Ω_c .

- Dans cette théorie, on suppose que la longueur des cylindres est infinie, ce qui n'est pas réalisé en pratique.

Cependant, si on ne fait que des mesures relatives, alors on ne tient pas compte des effets des extrémités du cylindre. En pratique, on élimine l'effet des extrémités en les protégeant par des anneaux de garde, ou bien on applique la méthode de GURNEY (47) qui utilise deux longueurs du cylindre intérieur dont la distance aux extrémités est maintenue constante. Il cherche alors la longueur additionnelle qui produirait le même couple que le fond du récipient.

Pour les utiliser à l'étude des fluides, il faut, afin d'avoir une mesure exacte du couple d'entraînement, assurer une distance entre les cylindres très faible (de l'ordre du 1/10 de mm) et réaliser une concentricité parfaite et permanente des 2 cylindres, quelles que soient les conditions de température et de pression. Ces conditions sont moins draconiennes quand il faut étudier des fluides très visqueux.

Cependant, REAMER, COKELET et SAGE (48) ont pu étudier le pentane, entre 18 et 270°C, jusqu'à 1750 Bars, avec un appareil d'une grande complexité où beaucoup de problèmes mécaniques très délicats ont dû être résolus, ce qui le rend assez fragile.

CARMICHAEL, REAMER et SAGE (49) ont étudié l'ammoniac entre 5 et 200°C jusqu'à 350 Bars, puis l'éthane de 1 à 350 Bars.

I - 4. VISCOSIMETRES BASES SUR LA METHODE DE COULOMB

Avec ces viscosimètres, on mesure la période d'amortissement des oscillations d'un équipement mobile, généralement un disque, immergé dans le fluide à étudier et oscillant entre 2 plateaux parallèles au disque. La détection s'effectue au moyen d'un dispositif optique nécessitant des fenêtres radiales sur les enceintes.

Seul, GONIKBERG (50) a pu utiliser un tel viscosimètre jusqu'à 1000 Bars, les autres auteurs (51, 52, 53) ne dépassant pas 200 Bars.

MACWOOD a trouvé une théorie satisfaisante pour les basses pressions (54) mais il a fallu attendre les travaux de KESTIN et de ses collaborateurs (55, 56, 57) pour obtenir des résultats convenables aux plus hautes pressions.

Ce n'est que par un fastidieux et imposant travail mathématique que KESTIN a pu réévaluer les valeurs de la viscosité de 5 gaz (55) qui avaient été calculées en utilisant uniquement la théorie de MACWOOD.

La viscosité de l'azote jusqu'à 20 Bars et de l'hélium jusqu'à 130 Bars a pu être étudiée avec ce type d'appareil, par KESTIN et LEIDENFROST (57).

I - 5. VISCOSIMETRES BASES SUR LA METHODE DE FLOWERS

Ces viscosimètres utilisent une bille roulante, dans un tube incliné. Ils sont utilisés industriellement pour l'étude des huiles jusqu'à 700 Bars et 150°C. On mesure le temps de passage de la bille entre deux repères. L'appareil doit être étalonné avec des fluides connus. Les systèmes de détection employés sont le contact bille-électrode et, quelquefois, la bille radioactive.

La théorie de l'appareil, traitée par plusieurs auteurs (58, 59) et ensuite par LEWIS (60), est assez complexe. De plus, les effets de la pression et de la température ne permettent pas d'obtenir aisément des mesures reproductibles.

C'est par cette méthode que plusieurs auteurs (61) ont étudié les hydrocarbures de poids moléculaire élevé, jusqu'à 3400 Bars et 130°C, alors que KIYAMA et MAKITA (62, 63) l'ont utilisée jusqu'à 100 Bars pour l'étude du CO₂, l'acétylène et l'ammoniac, entre 50 et 300°C, puis l'oxygène, entre 300 et 800 Bars. Plus récemment, GLASER et GEBHART (64) ont étudié le CO, l'oxygène, l'hydrogène et l'azote, jusqu'à 350 Bars et entre 0 et 200°C, en utilisant une bille radioactive.

I - 6. AUTRES METHODES

Des méthodes ultra-sonores (travaux de BRADFIELD) ont été utilisées seulement à pression atmosphérique sur des liquides (65, 66).

CHARRON (67, 68) a conçu un viscosimètre balistique permettant d'étudier les variations de viscosité avec la pression et de se rendre compte si la viscosité varie instantanément avec la pression ou s'il y a un retard dans cette variation. Avec ce type de viscosimètre, la mesure de la viscosité se ramène à une mesure de longueur (déplacement d'un piston) et à une mesure d'angle (écartement du mouton-pendule à partir de sa position d'équilibre). CHARRON conclut que le débit du liquide à travers le tube capillaire sous une pression très élevée, mais très fugitive, c'est-à-dire correspondant à un choc, est conforme aux prévisions de cette étude quand il s'agit d'un liquide dont la viscosité augmente peu avec la pression et est, au contraire, en complet désaccord avec ces prévisions quand le liquide étudié possède un gradient élevé viscosité-pression.

- BIBLIOGRAPHIE -

15. SWEARINGEN, REDDING
 . Ind. Eng. Chem. 1942, 34, 1496
16. MICHELS, BOTZEN, SCHUURMAN
 . Physica, 1954, 20, 1141
17. MICHELS, SCHIPPER, RINTOUL
 . Physica, 1953, 19, 1011
18. MICHELS, BOTZEN, SCHUURMAN
 . Physica, 1957, 23, 95
19. KUSZ
 . Zeits. Angew. Phys., 1952, 4, 203
20. PAVLOVICH, TIMROT
 . Teploenergetika, 1958, 5, 61
21. HYDE
 . Proc. Roy. Soc., A 97, 684
22. EAKIN, ELLINGTON
 . Pétrol. Trans., 1959, 216, 85
23. WESTMORELAND
 . N. B. S. Tech. News Bull., 1953, 37, 49
24. RANKINE
 . Proc. Roy. Soc., 1910, 83 A, 265
25. COMINGS, MAYLAND, EGLY
 . Univ. Illinois Bull. n° 354, 1944

26. CARR
 . Inst. Gas Techn. Res. Bull. n° 23, 1953
27. BARON, ROFF, WELLS
 . J. Chem. Eng. Data, 1959, 4, 283
28. LAZARRE, VODAR
 . C. R. Acad. Sciences, 1956, 243, 487
29. VERMESSE, JOHANNIN, VODAR
 . C. R. Acad. Sciences, 1963, 256, 3016
30. SAVINO, SIBITT
 . Ind. Eng. Chem., 1959, 51, 551
31. ROSS, BROWN
 . Ind. Eng. Chem., 1957, 49, 2026
32. JONES
 . Phil. Mag., 1891, 37, 451
33. ALLEN
 . Phil. Mag., 1900, 50, 323
34. BARR
 . Viscosimetry, 1931, p. 171
35. ARNOLD
 . Phil. Mag., 1911, 22, 755
36. SAUSSIÉ
 . Thèse-Paris, 1951
37. JOBLING, LAWRENCE
 . Proc. Roy. Soc., 1951, 206 A, 256
38. JOBLING, LAWRENCE
 . J. Chem. Phys., 1952, 20, 1296
39. BRIDGMAN
 . The Physic of High Pressure-Bell and Sons - London - 1949
40. BRIDGMAN
 . Proc. Am. Acad., 1949, 77, 117

41. SUGE
 . Scient. Papers Inst. Phys. Chem. Res., Tokyo, 1938, 34, 1244
42. KUSZ
 . Naturwiss., 1946, 33, 312
43. HEIKS, ORBAN
 . J. Phys. Chem., 1956, 60, 1025
44. ROUX, MALOUBIER
 . Rev. Inst. Fran. Pétr., 1959, 14, 1211
45. KLEINSCHMIDT, BRADBURY, MARK
 . Pressure-Viscosity Report, ASME, 1953
46. COUETTE
 . Ann. Chim. Phys., 1890, 21, 433
47. GURNEY
 . Phys. Rev., 1908, 26, 98
48. REAMER, COKELET, SAGE
 . An. Chem., 1959, 31, 1422
49. CARMICHAEL, REAMER, SAGE
 . J. Chem. Eng. Data, 1963, 8, 400
50. GONIKBERG, VERESCHAGIN
 . C. R. Acad. Scien., URSS, 1947, 55, 801
51. FELSING, BLANKENSHIP
 . Proc. Oklahoma. Acad. Scien., 1944, 24, 90
52. IWASAKI
 . Scien. Reports, Tokoku Univ., JAPON, 1951, 3 A, 247
53. KESTIN, PILARCZYK
 . Trans. ASME, 1954, 76, 987
54. MACWOOD
 . Physica, 1939, 5, 374 et 763
55. KESTIN, WANG
 . Trans. ASME, 1958, 80, 11

56. KESTIN, MOSZYNSKI
 . Trans. ASME, 1958, 80, 1009
57. KESTIN, LEIDENFROST
 . Physica, 1959, 25, 537
58. HERSEY
 . J. Wash. Acad. Sci., 1916, 6, 525
59. HUBBARD, BROWN
 . Ind. Eng. Chem., 1943, 15, 212
60. LEWIS
 . An. Chem., 1953, 25, 507
61. LOWITZ, SPENCER, WEBB, SCHLIESSLER
 . J. Chem. Phys., 1959, 30, 73
62. KIYAMA, MAKITA
 . Rev. Phys. Chem., JAPAN, 1951, 21, 63
63. KIYAMA, MAKITA
 . Rev. Phys. Chem., JAPAN, 1952, 22, 49
64. GLASER, GEBHART
 . Chem. Ing. Technik, 1959, 39, 743
65. MASON
 . Trans. ASME, 1947, 44, 359
66. ROTH, RICH
 . J. App. Phys., 1953, 24, 940
67. CHARRON
 . C. R. Acad. Sciences, 1947, 224, 1472
68. CHARRON
 . C. R. Acad. Sciences, 1947, 225, 919

CHAPITRE II

CHOIX DE LA METHODE

CONCEPTION ET FONCTIONNEMENT

DE L'APPAREIL

II - CHOIX DE LA METHODE - THEORIE ET CONCEPTION DE L'APPAREIL
CALCUL DE LA LOI D'ECOULEMENT

1. Critique des méthodes
2. Conception et fonctionnement de l'appareil
Description du viscosimètre
3. Etablissement de la loi d'écoulement
Calcul
Nomenclature des notations

CHOIX DE LA METHODE

D'après les données de la littérature, la viscosité des gaz est très faible et s'exprime généralement en micropoise. Dans le domaine de pressions et de températures que nous allons étudier, elle varie de 100 à 600 micropoises. Ces viscosités très faibles limitent considérablement le choix des méthodes de mesures possibles.

En tenant compte du fait que les gaz que nous devons étudier sont corrosifs et fortement comprimés, nous pouvons faire un choix entre les méthodes déjà énumérées.

II - 1. CRITIQUE DES METHODES

a) Méthode de FLOWERS

Cette méthode est surtout valable pour les huiles. Si on voulait l'appliquer à l'étude des gaz corrosifs comprimés, il serait à craindre que l'alésage du tube où se déplace la bille ne soit très vite corrodé, faussant ainsi toute mesure.

D'autre part, le comportement de l'appareil, vis-à-vis de la pression et de la température, ne permet pas de garantir la constance de l'étalonnage.

Enfin, la théorie mathématique d'un tel appareil est notablement complexe. Et surtout le fait que c'est le régime turbulent qui prédomine entraîne des résultats peu satisfaisants.

b) Méthode de COULOMB

Dans ce dispositif à disque oscillant, la méthode de détection est difficile à réaliser ; des difficultés d'ordre technologique ne permettent pas son extension à des pressions élevées ; l'action corrosive du gaz sur le fil de suspension ne permet pas d'obtenir un étalonnage constant ; et, enfin, les résultats expérimentaux sont difficiles à interpréter par suite de la complexité de la théorie mathématique de KESTIN.

c) Méthode de COUETTE-MARGULES

Ici, de même que précédemment, les difficultés d'ordre technologique quant à la réalisation de cylindres rigoureusement coaxiaux et non corrodés par le gaz, ajoutées aux difficultés d'obtenir un régime laminaire, font que nous ne pouvons adopter cette méthode.

d) Méthode de STOCKES

Ces viscosimètres à corps chutants ne sont généralement utilisés que pour l'étude des liquides (huiles, solutions très visqueuses de dérivés nitrés, etc...).

e) Méthode basée sur la loi de POISEUILLE

Les appareils basés sur cette loi sont, nous l'avons vu précédemment, classés en 3 types :

- type pipette
- type à charge de mercure (constante
variable)
- type à dispositif surpresseur mécanique

Les deux premiers types ne sont pas utilisables, soit pour des raisons technologiques (type pipette), soit à cause de l'action de H_2S sur le mercure.

Nous devons donc orienter notre choix sur les types à dispositif surpresseur mécanique.

Dans ces types d'appareils, nous avons le choix entre ceux dont le capillaire est métallique et ceux dont le capillaire est en verre.

Nous avons écarté la solution comprenant un capillaire métallique, pour différentes raisons :

- Il faudrait un tube capillaire très long et parfaitement calibré qui ne soit pas corrodé par le gaz de LACQ.
- Outre que cet article est commercialement difficile à se procurer, il entraînerait un bain thermostatique de grandeur prohibitive.

Nous avons donc, en définitive, opté pour le viscosimètre utilisant la loi de POISEUILLE, dont la surpression est créée par un surpresseur mécanique et dont l'écoulement s'effectue à travers un tube capillaire en verre.

II - 2. CONCEPTION ET FONCTIONNEMENT DE L'APPAREIL

Le fait de vouloir étudier la viscosité des gaz corrosifs fortement comprimés implique la réalisation de :

- un viscosimètre qui ne soit pas altéré par l'action corrosive de l'hydrogène sulfuré,
- un viscosimètre permettant de faire des mesures aux pressions et températures élevées (1000 Bars, 100°C).

La première condition est réalisée en n'employant que des matériaux pratiquement inaltérables, comme par exemple : l'acier inoxydable, le téflon et le verre.

a) Conception

Pour mesurer une viscosité, nous relierons celle-ci à un facteur physique mesurable avec précision ; ici, le temps d'écoulement, grâce à l'utilisation de la loi de POISEUILLE.

Notre viscosimètre est conçu de façon à réaliser un écoulement laminaire dans un tube capillaire.

Pour créer cet écoulement, il est nécessaire, comme nous l'avons vu précédemment, d'utiliser un dispositif surpresseur mécanique.

Grâce à un dispositif de détection, nous pouvons mesurer les temps d'écoulement.

Ainsi donc, ce viscosimètre sera constitué par les organes suivants :

- 1 - Un dispositif surpresseur électromécanique.
- 2 - Un capillaire en verre.
- 3 - Un dispositif de détection électrique.

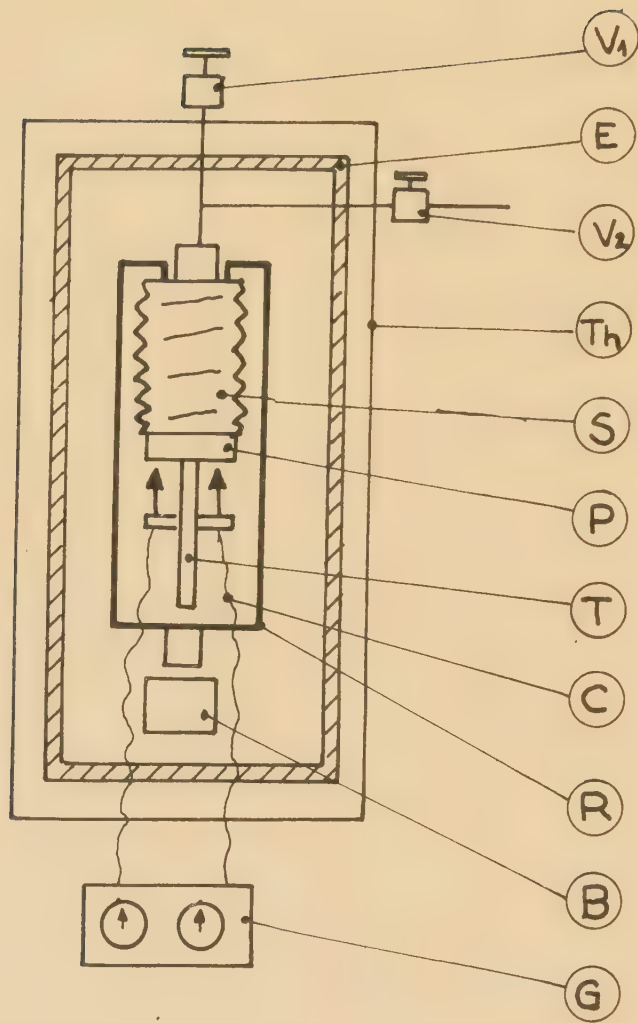


fig. 2

- 4 - Une cellule de pression.
- 5 - Une enceinte thermostatique.
- 6 - Les organes annexes.

b) Description du viscosimètre et fonctionnement

Le viscosimètre est entièrement immergé dans une enceinte sous pression qui est à son tour immergée dans un bain thermostatique.

Il se compose essentiellement de (fig. 2) :

- 1) d'un soufflet (S) qui assure deux fonctions principales :

il sert de réservoir : lors de son extension par le dispositif électromécanique (R et B), il prélève un échantillon de gaz emplissant la cellule (E), qui s'écoulera par le tube capillaire (T) quand la vanne (V_1) sera refermée et le dispositif d'extension relâché.

il sert de ressort à charge variable : ce soufflet, de par sa géométrie, se comporte comme un ressort. Après avoir été étiré sur un dixième de sa longueur, il tend à revenir à sa position d'équilibre, créant ainsi la surpression ΔP (quelques dixièmes de Bar) nécessaire à l'écoulement du fluide à travers le tube capillaire.

- 2) d'un tube capillaire (T) : nous avons choisi un tube capillaire de polarographie de diamètre intérieur voisin de 6/100 de millimètre et de longueur environ 150 mm. Ces dimensions assurent un écoulement laminaire, compte tenu de la faible valeur de la surpression ΔP . Il est lié hermétiquement au soufflet par un joint en téflon écrasé par un ressort maintenu dans la pièce (P).
- 3) d'un plan des contacts constitué par la pièce (P) solidaire du soufflet.
- 4) des contacts électriques qui permettent de détecter les temps d'écoulement lors du déplacement de la pièce (P), en commandant des horloges électriques.

5) d'un tracteur (R) : constitué par un dispositif électromécanique comprenant une armature (R) solidaire d'un noyau magnétique attiré par un électro-aimant (B) entièrement étanche. Il permet d'étirer le soufflet, permettant ainsi son remplissage.

6) La vanne (V_1) est une vanne haute pression, spéciale, assurant plusieurs fonctions :

- elle sert de point fixe à l'attache du soufflet,
- elle permet d'introduire le fluide dans le soufflet,
- elle assure l'étanchéité de celui-ci du côté opposé au tube capillaire.

Pour une mesure, on procède à la mise en extension du soufflet qui est rempli de gaz à la même pression que celle qui règne dans la cellule. Après fermeture du pointeau de la vanne (V_1), on libère le soufflet qui comprime le gaz qu'il contient. Celui-ci ne peut alors s'écouler que par le tube capillaire. Au fur et à mesure de l'écoulement, la membrane du soufflet revient lentement à sa position d'équilibre. On mesure à l'aide des contacts électriques le temps d'écoulement entre plusieurs positions repérées au préalable et bien définies géométriquement.

On peut donc répéter plusieurs fois la mesure avant de changer les conditions de pression et de température.

Les détails technologiques de réalisation du viscosimètre sont donnés dans le chapitre III. La description des organes annexes, tels que cellule haute pression, banc de pression (générateur et mesure), bain thermostatique, etc..., est donnée dans le chapitre IV.

II - 3. ETABLISSEMENT DE LA LOI D'ECOULEMENT -

A l'instant t la pression moyenne p_m passera à la valeur $P + \frac{\delta p}{2}$ c'est-à-dire :

$$p_m = P + \frac{\Delta P}{2} e^{-at} \quad (at + 1)$$

Dans les conditions d'emploi de l'appareil P est toujours très supérieur à ΔP ainsi par exemple :

$$P = 10^8 \text{ Baryes} \quad \text{alors que} \quad \Delta P = 10^5 \text{ Baryes}$$

l'expression d (PV) se présente donc sous la forme $A (P + \varepsilon) \varepsilon$. En première approximation cette expression est équivalente à $AP\varepsilon$.

a) - Calcul -

Nous avons établi, dans l'introduction (équation 26) la relation reportée ci-dessous :

$$\frac{d(pV)}{dt} = - \frac{\pi r_o^4}{8L} P_m \frac{dp}{dt} \quad (1)$$

dans laquelle p et V sont respectivement la pression et le volume du soufflet à l'instant t, p_m la pression moyenne dans le capillaire, L la longueur et r_o le rayon de celui-ci. Enfin, $\frac{dp}{dt}$ est la valeur de la surpression dans le soufflet à l'instant t.

Si l'on tient compte de ce que le mouvement de la membrane, fonction du temps, obéit à une équation différentielle du second ordre dans le cas où le mouvement est amorti, on écrit :

$$p = \Delta P e^{-at} (at + 1) \quad (2)$$

avec, comme conditions aux limites $p = \Delta P$ quand $t = 0$

$$\frac{dp}{dt} \rightarrow 0 \text{ quand } t \rightarrow \infty$$

P est la pression dans la cellule, p celle du soufflet, ΔP est la surpression dans le soufflet au temps $t_1 = 0$. On a, si on affecte les indices 1 et 2 aux valeurs se rapportent au passage aux contacts 1 et 2,

$$p_1 = P + \Delta P$$

$$p_2 = P + \Delta p_2$$

$$V_2 = V_1 - V_2$$

La relation (1) devient en y portant (2)

$$d(pV) = -k p_m \frac{\Delta P}{l} e^{-at} (at + 1) dt \quad (3)$$

Nous pouvons intégrer l'expression (3) entre les positions 1 et 2 du soufflet.

$$\int_1^2 d(pV) = k p_m \cdot \frac{\Delta P}{P} \int_{t_1}^{t_2} e^{-at} (at + 1) dt \quad (4)$$

Nous pouvons calculer les deux membres de cette expression

1) -

$$\begin{aligned} \int_1^2 d(pV) &= p_2 V_2 - p_1 V_1 \\ &= (P + p_2) (V_1 - V_2) - (P + \Delta P) V_1 \\ &= -[V_1 (\Delta P - p_2) + P V_2] \end{aligned} \quad (5)$$

2) - le second membre se décompose en

$$\int_{t_1}^{t_2} e^{-at} dt \quad \text{et} \quad \int_{t_1}^{t_2} e^{-at} \cdot at \cdot dt$$

Les solutions de ces intégrales sont classiques.

$$\int e^{-at} \cdot dt = -\frac{1}{a} \left[e^{-at} \right] \quad \text{et} \quad \int e^{-at} \cdot at \cdot dt = -\frac{1}{a} \left[e^{-at} (at+1) \right]$$

Comme $t_1 = 0$, la somme des $\int_1^2$ précédents devient

$$-\frac{1}{a} \left[e^{-at_2} - 1 + e^{-at_2} (at_2 + 1) - 1 \right] = -\frac{1}{a} \left[e^{-at_2} (at_2 + 2) - 2 \right] \quad (6)$$

En portant (5) et (6) dans (4), il vient

$$-\left[V_1 (\Delta P - p_2) + P V_2 \right] = k \cdot p_m \frac{\Delta P}{P \cdot a} \left[e^{-at_2} (at_2 + 2) - 2 \right] \quad (7)$$

On en tire l'expression de la viscosité

$$\eta = \frac{r_o^4 p_m}{8 L V_1 (\Delta P - p_2) + P. V_2} \frac{\Delta P}{a} \left[- e^{at_2} (at_2 + 1) + 2 \right] \quad (8)$$

La détermination de η à partir de cette relation est théoriquement possible, si on connaît les caractéristiques géométriques du soufflet et du capillaire ainsi que la valeur de a . Mais ces valeurs sont difficilement accessibles à l'expérience avec une précision suffisante.

Ces difficultés nous ont conduits à utiliser notre appareil comme un viscosimètre à mesures relatives, à l'aide d'un gaz étalon, très bien connu, en l'occurrence l'azote.

b) - Forme de l'expression utilisée -

Considérons deux gaz A et B, pris dans les mêmes conditions de pression P et de température T. Dans ce cas les caractéristiques $V_1, \Delta V, \Delta P, p_2, P, p_m$ sont les mêmes. Le rapport η_A / η_B s'écrit, après simplification de (8)

$$\frac{\eta_A}{\eta_B} = \frac{a_B}{a_A} \frac{L}{L} \frac{A}{B} \quad (9)$$

Or, nous avons vu (2) que nous avons $p = \Delta P e^{-at} (at + 1)$. Il s'ensuit que, pour les positions bien définies des contacts 1 et 2, nous aurons, quel que soit le gaz étudié :

$$\frac{p_2}{\Delta P} = e^{-at_2} (at_2 + 1) = cte, \text{ donc } at_2 = cte$$

L'expression (9) se simplifie encore, puisque les termes entre crochets sont égaux. On obtient en définitive

$$\frac{\eta_A}{\eta_B} = \frac{a_B}{a_A} = \frac{t_A}{t_B} \cdot \frac{a_B t_B}{a_A t_A} = \frac{t_A}{t_B} \quad (10)$$

ou encore

$$\eta_A / t_A = \eta_B / t_B \quad (11)$$

On voit que, pour les mêmes conditions de température et de pression, les rapports η/t sont les mêmes pour tous les gaz. Donc, si nous étudions un gaz étalon, nous pouvons tracer la courbe $\eta/t = f(P)$, caractéristique du viscosimètre à la température T.

c) - Ordre de grandeur de a -

Calcul approché de la valeur de la viscosité à partir de la géométrie du système.

L'expression (8) de η peut s'écrire

$$\left(= \frac{r_0^4}{8L} \frac{\Delta P}{p_2} \frac{p_m}{P \frac{V_2}{p_2} + V_1 \left(\frac{\Delta P}{p_2} - 1 \right)} \frac{1}{a} \left[2 - e^{-at_2} (at_2 + 2) \right] \right) \quad (12)$$

On voit apparaître l'expression $\frac{\Delta p_2}{\Delta V} = e^{-at_2} (at_2 + 1)$

Des mesures sur table nous donnent les valeurs approximatives

$$\Delta P = 0,100 \text{ bar} = 10^5 \text{ baryes} \quad \text{et} \quad \Delta p_2 = 0,090 \text{ bar} = 0,9 \cdot 10^5 \text{ baryes}$$

Dans ce cas, on peut calculer $at_2 = 0,53$. t_2 étant voisin de 160 secondes, on en tire enfin

$$a = 3,3 \cdot 10^{-3}$$

Le soufflet a une longueur de 6 cm, une section moyenne de 2 cm², donc un volume V_1 de 12 cm³ et un V_2 de 0,2 cm³ pour une course de 1 mm.

Le capillaire a un rayon $r_0 = 3 \cdot 10^{-3}$ cm, une longueur $L = 16$ cm. Portant ces valeurs dans (12) on peut calculer η , par exemple à $P = 100 \text{ bars} = 10^8 \text{ baryes}$. L'expression entre crochets de (12) a pour valeur :

$$\left[2 - e^{-at_2} (at_2 + 2) \right] = 2 - 0,588 (0,53 + 2) = 0,51$$

En définitive, on obtient η :

$$\eta = \frac{\pi \times 3^4 \cdot 10^{-12}}{8 \times 16} \frac{1}{0,9} \frac{10^8}{10^8 \frac{0,2}{0,9 \cdot 10^5} + 12 \left(\frac{1}{0,9} - 1 \right)} \frac{0,51}{3,3 \cdot 10^{-3}} = 154 \cdot 10^{-6}$$

Cette valeur est d'un excellent ordre de grandeur, comparée aux valeurs expérimentales.

d) - Nomenclature des notations -

1) - Notation concernant le gaz

 η viscosité ρ masse volumique P pression hydrostatique dans la cellule α nombre, dépendant du gaz étudié

2) - Notation concernant le capillaire

 r_0 rayon L longueur p_m pression moyenne

3) - Notation concernant le soufflet

 p pression V volume $\hat{p}$ surpressionau temps t ΔP surpression au temps $t = 0$

Les indices 1 et 2 sont accolés aux notations précédentes, pour les positions correspondant au passage aux contacts 1 et 2, donc pour les temps $t_1 = 0$ et t_2 .

CHAPITRE III

LE VISCOSIMETRE

III - LE VISCOSIMETRE - CONCEPTION ET REALISATION

1. Dispositif surpresseur électromagnétique

- a) - Soufflet métallique
- b) - Armature du tracteur
- c) - Electro-aimant
- d) - Vanne haute pression

2. Tube capillaire

3. Dispositif de détection du mouvement. Les contacts électriques

- a) - Disposition des contacts
- b) - Ressorts
- c) - Palpeurs
- d) - Guide des palpeurs
- e) - Support des palpeurs

LE VISCOSIMETRE

Pour des raisons techniques, il est plus facile de réaliser un appareil doté d'une symétrie de révolution.

Nous avons vu que nous devons réaliser un appareil comprenant essentiellement :

- un dispositif surpresseur mécanique
- un dispositif d'écoulement
- un dispositif de détection électrique du mouvement
- une cellule de pression.

Les organes annexes assurant le fonctionnement de l'ensemble, et la cellule de pression seront décrits dans le chapitre suivant.

III - 1. LE DISPOSITIF SURPRESSEUR MECANIQUE

Les dispositifs mécaniques d'entraînement susceptibles d'étirer la membrane s'avérant a priori de réalisation très délicate, nous avons utilisé un dispositif surpresseur électromécanique.

Celui-ci peut se décomposer en :

- un soufflet métallique
- une armature du tracteur
- un électro-aimant spécial
- une vanne haute pression spéciale

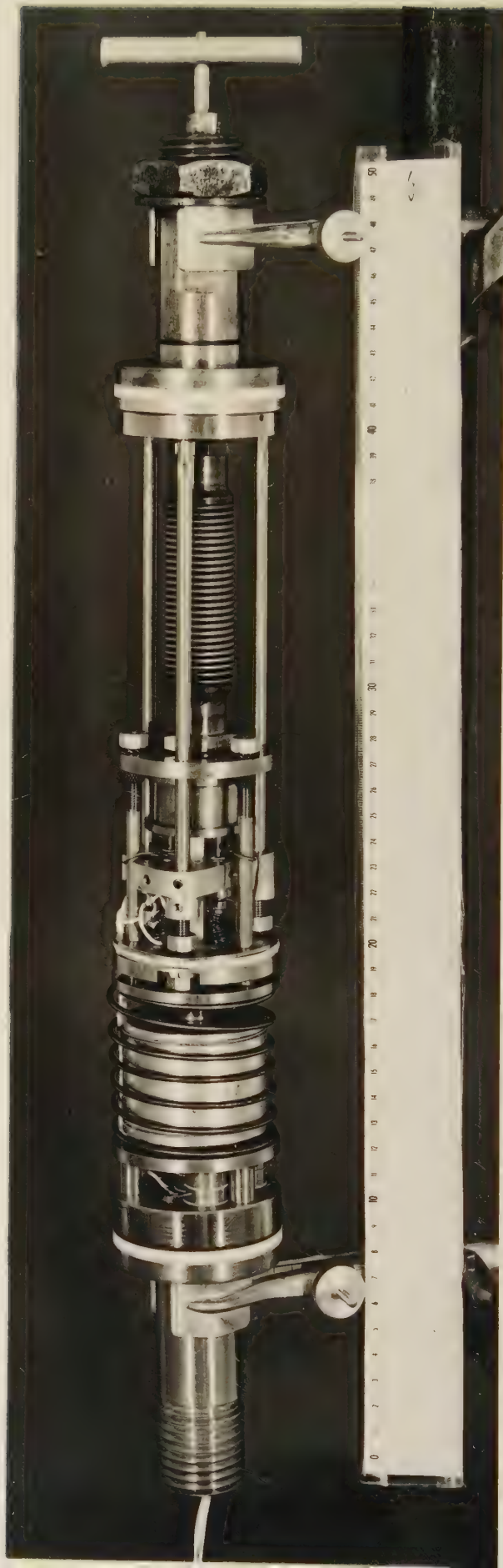
Une représentation du dispositif est donnée photo n°3.

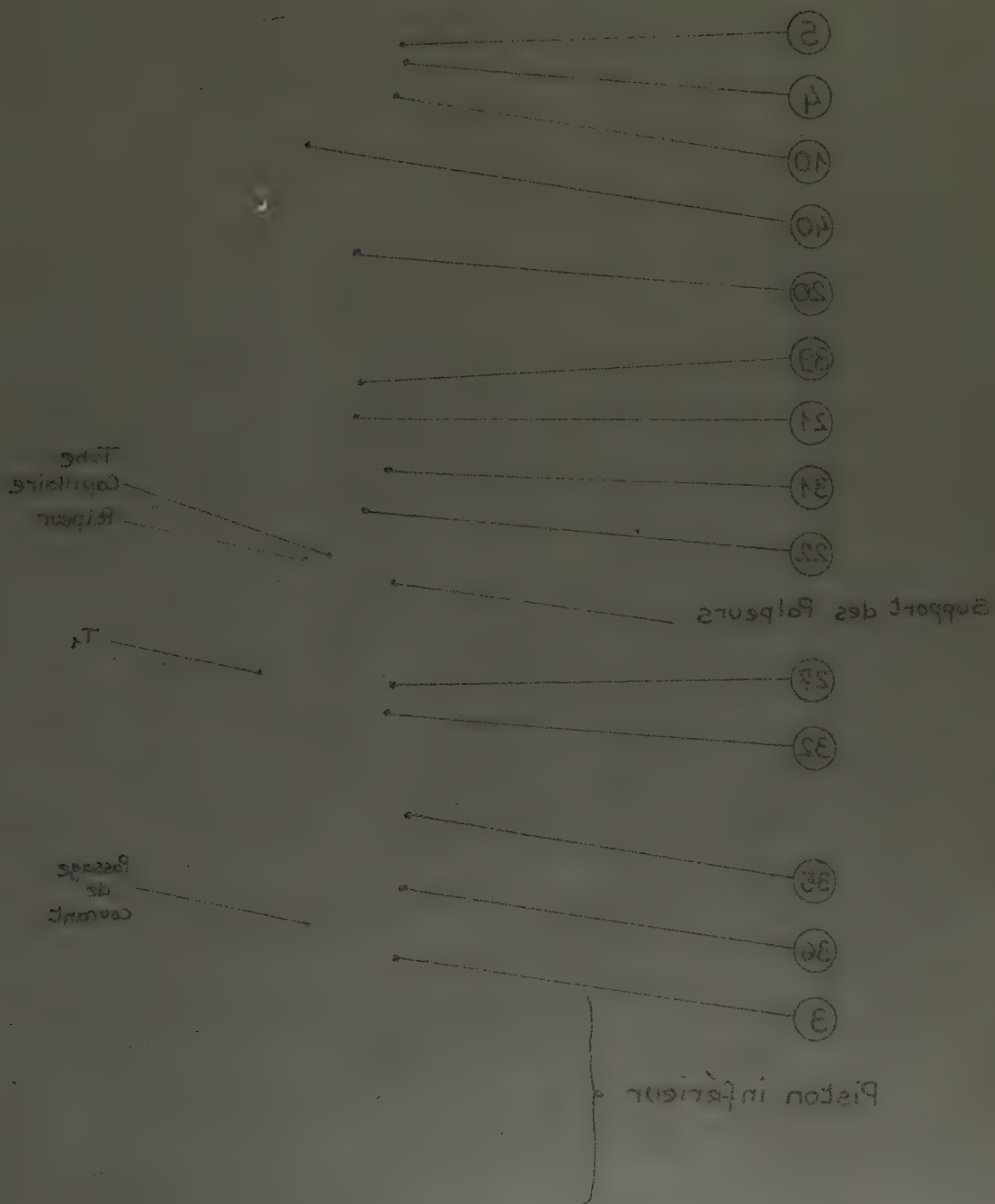
a/ - Soufflet métallique -

C'est une membrane métallique à simple paroi en acier inoxydable (18/8) déformable élastiquement.

Elle a été choisie en vue de réaliser les fonctions de :

- réservoir
- ressort à charge variable
- guide pour la pièce (22) servant de face d'appui aux contacts électriques.





Pointeau

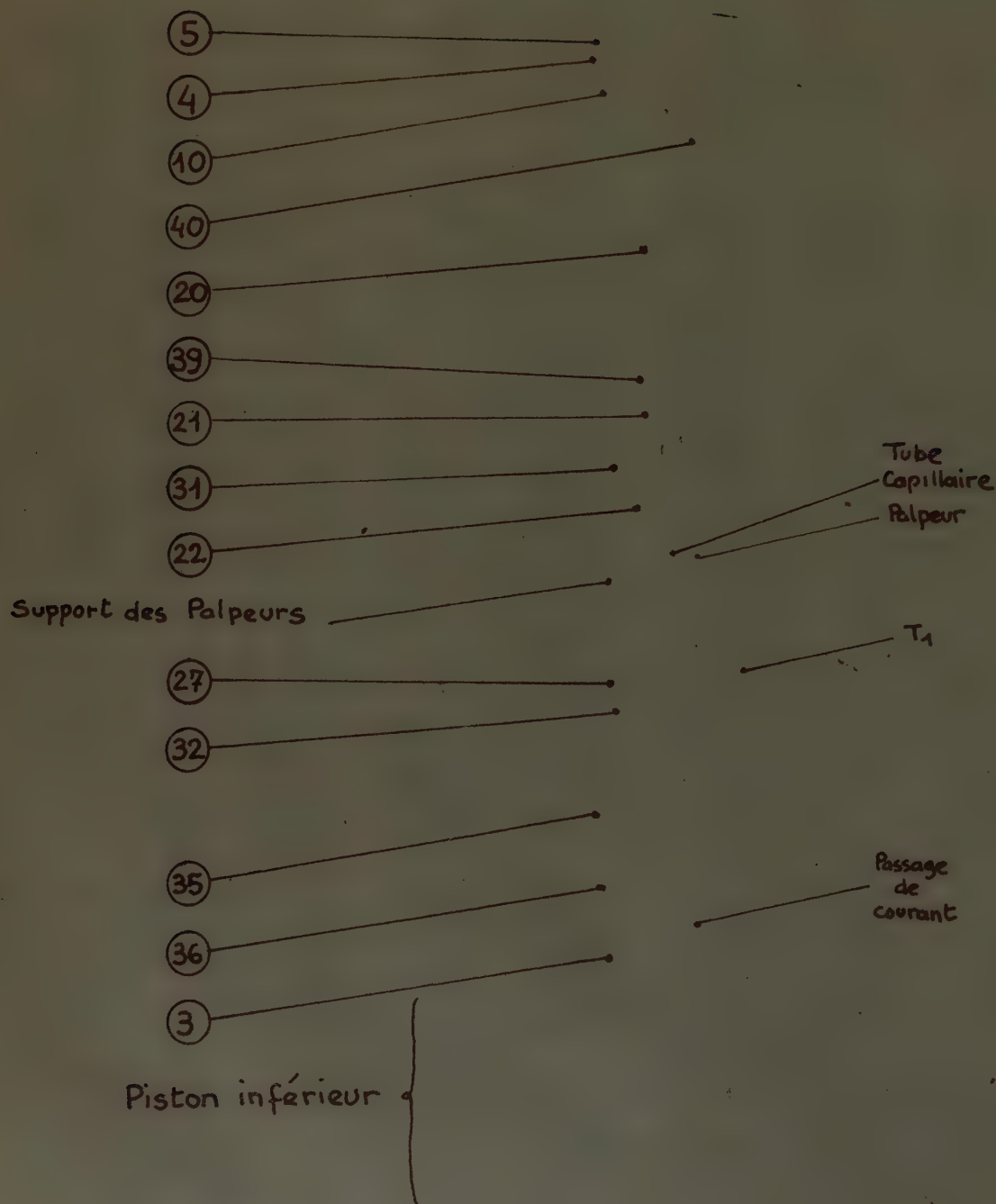


fig 3

De telles fonctions sont réalisées par des membranes disponibles commercialement (membrane "BOA" de La JONCHERE).

Le soufflet constitue un réservoir pour les gaz dont on veut mesurer la viscosité. On l'emplit par extension au moyen de l'électro-aimant. La vanne pointeau assure l'admission et le maintien du gaz dans le réservoir.

Ce soufflet est fixé à une de ses extrémités. Sa fixation s'effectue par blocage sur le piston supérieur, grâce à une douille (40) taraudée se vissant en force dans la partie centrale filetée du piston supérieur. Une bague (39) permet de lier la membrane à la douille. Par soudure autogène, on parfait l'étanchéité de cette liaison.

A son extrémité libre, elle est soudée également à une douille (39) soudée à son tour sur la douille de traction (21). L'étanchéité tube capillaire - membrane sera vu par la suite dans le montage du tube capillaire. Notons que celui-ci se trouve enfermé dans la membrane sur les $\frac{2}{3}$ de sa longueur.

De par sa forme en soufflet (25 spires) et sa nature métallique la membrane se comporte comme un ressort. Une fois étirée d'une petite longueur (10 % de la longueur d'après le constructeur), elle revient à sa position d'équilibre avec une force qui dépend de son élongation, soit $F = k \times$ comme pour les ressorts. Ainsi, au cours de son mouvement de retrait, elle crée une surpression $\Delta P = \frac{\Delta F}{S}$ qui est elle aussi proportionnelle à son déplacement. Nous avons donc là une charge variable au cours du déplacement.

L'inconvénient de ce mode de création de la surpression est essentiellement d'ordre théorique. En effet, nous avons vu dans le chapitre II que l'équation du mouvement de la membrane est assez complexe et son application au calcul de Ω n'est pas aisée.

La nature du métal constituant le "ressort" a été choisie de façon à réaliser les 2 conditions :

- résistance à la corrosion
- résistance mécanique

- résistance à la corrosion : en raison de l'action corrosive des gaz utilisés, surtout dans les conditions des mesures, nous avons choisi une membrane en acier inoxydable 18/8.

- résistance mécanique : la membrane étant entièrement soumise à l'action de la pression, les seuls efforts mécaniques qu'elle ait à produire sont ceux dus à son extension et à la compression du fluide qui s'ensuit. Ceci correspond à une pression différentielle

de quelques dixièmes de bars. De ce fait, nous avons pu utiliser une membrane à simple paroi, n'exigeant pas un grand effort du dispositif de mise en extension.

Notons qu'elle doit avoir un coefficient de raideur constant si l'on veut que l'effort de compression qu'elle fournit reste reproductible. Cette condition est réalisée en ne l'étirant que de moins de 10 % de sa longueur.

- Comme elle sert à la mesure des temps d'écoulement, puisqu'on utilise son extrémité libre comme plan de contact des palpeurs, un centrage rigoureux doit être réalisé. En effet, le plan de la face d'appui des contacts (pièce 22) doit toujours se déplacer parallèlement à lui-même.

Il faudra donc rejeter toute membrane qui, à l'origine, ne serait pas centrée lors de sa soudure aux bagues et douilles servant à sa fixation et sa traction.

b/ - Armature du tracteur -

Elle est constituée par :

- 3 tiges en acier inoxydable de 135 mm de longueur et 6 mm de diamètre, filetées à leurs extrémités pour recevoir des écrous en acier inoxydable et des rondelles freins, afin que les à-coups dus à l'appel brutal de l'électro-aimant ne provoquent pas leur desserrage progressif.
- 2 disques (31) et (32).

Le disque (31) sert à l'entraînement de la membrane, le disque (32) lui-même solidaire du noyau d'un électro-aimant transmet à l'armature la force de traction de celui-ci.

C'est pour cette raison que les 3 tiges doivent coulisser librement dans la pièce (31), afin de ne point prélever d'énergie à l'électro-aimant et permettre une remontée correcte de l'ensemble sous l'action du ressort de rappel (35).

c/ - Electro-aimant -

Pour la réalisation de l'électro-aimant, plusieurs conditions sont imposées :

- résistance à la corrosion
- passages de courant
- montage et démontage rapide pour un éventuel changement
- obtention d'une importante force d'attraction sous un faible volume.

Résistance à la corrosion

Nous avons réalisé un bobinage entièrement noyé dans du "Métolux" disposé dans une enveloppe capable de résister à l'écrasement sous l'action de fortes pressions hydrostatiques (800 bars).

Cette enveloppe a été usinée en duralumin. Celui-ci résiste bien à l'action de H_2S et, de plus, dissipe bien la chaleur créée par le bref échauffement du bobinage. Enfin, il se "soude" très bien au "Métolux".

La disposition du bobinage dans l'enveloppe et la mise en place des flasques ont été réalisées de telle sorte que nous disposons d'un électro-aimant entièrement étanche.

Nous avons ainsi évité toute infiltration de gaz (en particulier H_2S) qui pourrait corroder le bobinage de 2 façons : corrosion chimique et éclatement. En effet, une détente brusque du gaz enfermé dans les micropores du "Métolux" entraînerait un effritement de ce dernier qui perdrait toute sa résistance mécanique.

Lors de la réalisation du bobinage, nous avons imprégné chaque couche de fil de Métolux avant de passer à la suivante. Par cette technique :

- le Métolux joue le rôle d'isolant diélectrique et sert de charge mécanique permettant à l'enveloppe de duralumin de s'appuyer sur un bloc suffisamment rigide. Pour assurer cette dernière condition, le vide restant entre le bloc du bobinage et l'enveloppe, a été entièrement rempli de Métolux. L'étanchéité totale est, en définitive, assurée par 2 flasques et 2 joints en téflon de 5/100 mm.

Passage de courant

Un seul passage de courant pour l'alimentation de l'électro-aimant nous a été nécessaire, puisque un des fils de bobinage a été mis à la masse au moyen d'une vis en acier inoxydable. L'autre fil est relié à un passage de courant.

Une vis en laiton est fixée par du Métolux dans le flasque fixe de la carcasse de l'électro-aimant et sert de passage de courant. Les soudures à l'étain sont, elles aussi, noyées dans le Métolux. Ce montage nous a donné entière satisfaction.

Fixation de l'électro-aimant

Nous avons adopté un système simple et rapide de fixation de l'électro-aimant.

Une pièce C, usinée dans un écrou, afin d'obtenir une forme conique adéquate, est logée dans la carcasse de l'électro-aimant. Pour cela,

nous y avons fraisé une rainure et nous avons enfoncé "à force" l'écrou modifié. Ensuite, les vides subsistants ont été bouchés au Métolux. On peut alors visser l'électro-aimant dans une vis à six pans creux sans tête, fixée elle-même sur la pièce (36). Un contre noyau, décrit plus loin, assure aussi le rôle de contre écrou.

Force d'attraction de l'électro-aimant

La formule de la force portante des électro-aimants est celle de MAXWELL.

$$F = \frac{\mu S}{3 \times 961\,000} H^2$$

où F est la force en Kgf
S la section du noyau en cm²
H l'induction en gauss

or $\mu = \mu_0 H$ et
 $H = \frac{n}{l} I$

où μ est la perméabilité du noyau
H le champ en cerstedts
n le nombre de spires
l la longueur de la bobine
I l'intensité du courant en Ampères

En regroupant tous les termes, nous pouvons écrire :

$$F = K S \mu^2 n^2 I^2 \text{ soit}$$

$$F = K S \mu^2 (n I)^2$$

K étant une constante dépendant des unités.

On reconnaît en n I le nombre d'Ampères - tours.

Des considérations d'ordre pratique montrent que la forme idéale est celle où la hauteur est égale au diamètre. Nous connaissons l'effort que doit produire l'électro-aimant pour étirer la membrane de 8 mm. D'autre part, les passages de courant nous imposent l'intensité admissible. Nous voyons dans ces conditions que les seuls termes sur lesquels nous pouvons jouer sont :

- la perméabilité μ
- la section S
- le nombre de spires

Perméabilité ¹¹. Il nous faut un métal qui soit susceptible de présenter une forte perméabilité et, d'autre part, qui ne soit pas corrodé par le H_2S . A notre connaissance, seul le nickel est susceptible de nous convenir. Notons que le nickel a son point de Curie à $360^\circ C$, température supérieure à celle que nous rencontrons au cours de nos expériences.

Section S. D'après la formule de MAXWELL, F est proportionnel à S ; il faudra prendre S le plus grand possible. Cependant, comme le diamètre extérieur de l'électro-aimant nous est imposé par l'alésage de la cellule de pression, il faut réaliser un compromis pour que tout en ayant S le plus grand possible, il reste assez de volume pour loger les spires. Ces considérations nous ont amené à adopter une section $S = 2 \text{ cm}^2$ soit un noyau de 16 mm de diamètre en nickel.

Nombre de spires. Afin de loger le maximum de spires, nous avons réalisé notre bobinage à spires rangées jointives.

La tension entre spires étant assez faible, l'émail est à lui seul susceptible de résister à la tension de claquage, ce qui nous a permis d'utiliser du fil émaillé. Par exemple, dans la carcasse de la bobine, nous avons pu loger 1.000 spires de fil émaillé en 5/10 mm de diamètre.

Intensité. Nos passages de courant permettant un débit permanent de 5 A, nous avons pu faire fonctionner par impulsion l'électro-aimant avec des courants allant jusqu'à 8 A, pendant moins de 3 secondes. Nous avons confectionné 3 électro-aimants avec du fil émaillé de 5/10, 6/10 et 8/10. Le régime de fonctionnement par impulsion nous permet d'adopter des densités de courants plus importants que celles de 2 à 4 A/mm² usuellement adoptées.

Dans ces conditions, nous avons pu obtenir des forces d'attraction instantanées supérieures à celles exigées mécaniquement pour l'extension de la membrane et de la compression du ressort de rappel.

Pour utiliser, cependant, des intensités de fonctionnement plus faibles et obtenir une force d'attraction plus importante, nous avons réduit l'entre-fer au moyen d'un contre noyau en acier mi-dur. Cet acier doté de bonnes caractéristiques magnétiques, résiste assez bien à l'action corrosive du gaz de LACQ, puisque ce contre noyau a été prélevé sur un morceau de tube utilisé pour ce gaz. Ce contre noyau joue plusieurs rôles :

- il réduit l'entre-fer
- il limite la course de l'électro-aimant et, par là-même, l'élongation de la membrane qui est toujours la même.

De plus, il présente un magnétisme rémanent assez important. Cette dernière propriété nous est précieuse. En effet, comme nous le verrons plus loin, pour couper l'alimentation de l'électro-aimant, nous faisons décroître le courant de sa valeur maximum à 1 A avant de couper l'alimentation. La décroissance du courant implique une diminution de la force portante de l'électro-aimant. Or, il faut que la membrane reste étirée pendant quelques secondes, afin de refermer la vanne d'admission du gaz dans la membrane grâce à l'action de ce contre noyau, la membrane reste étirée quand l'intensité du courant est diminuée de moitié.

La hauteur H du contre noyau a été déterminée pour réaliser deux objectifs : que la course de la membrane soit toujours de 8 mm, que le noyau soit disposé au centre du solénoïde, là où le champ est maximum.

Parmi les trois électro-aimants que nous avons fabriqués, le premier en fil 5/10 (résistance 20 Ω), le second en fil 6/10 (résistance 8 à 9 Ω), le troisième en fil 8/10 (résistance 3 à 4 Ω). Nous avons après essais sélectionné le second. Il consomme 7 A pendant quelques secondes.

- d) - Vanne pointeau haute pression spéciale - C'est une vanne entièrement exécutée dans les ateliers du laboratoire. Le pointeau a reçu un traitement de stellitage. En effet, il ne "porte" que sur une circonférence et le serrage nécessaire aurait vite fait de mettre hors d'usage une pièce non traitée.

Commande de la vanne

Elle s'effectue de l'extérieur de l'enceinte thermostatée au moyen d'une tige de commande. La tige du pointeau est reliée à la tige de commande par un manchon maintenu grâce à 4 vis à six pans creux, s'appuyant sur 2 méplats. Ceci évite la rotation du manchon sans entraînement de la vanne. Le non fonctionnement du dispositif ci-dessus entraîne inmanquablement la destruction de la membrane et, partant, nécessite son remplacement et la reprise complète de l'étalement du viscosimètre.

Etanchéité

Elle est obtenue par un joint écrasé constitué par :

- un joint téflon (18)
- une bague presse joint (17)
- une douille presse joint (16)
- le corps du pointeau (12)

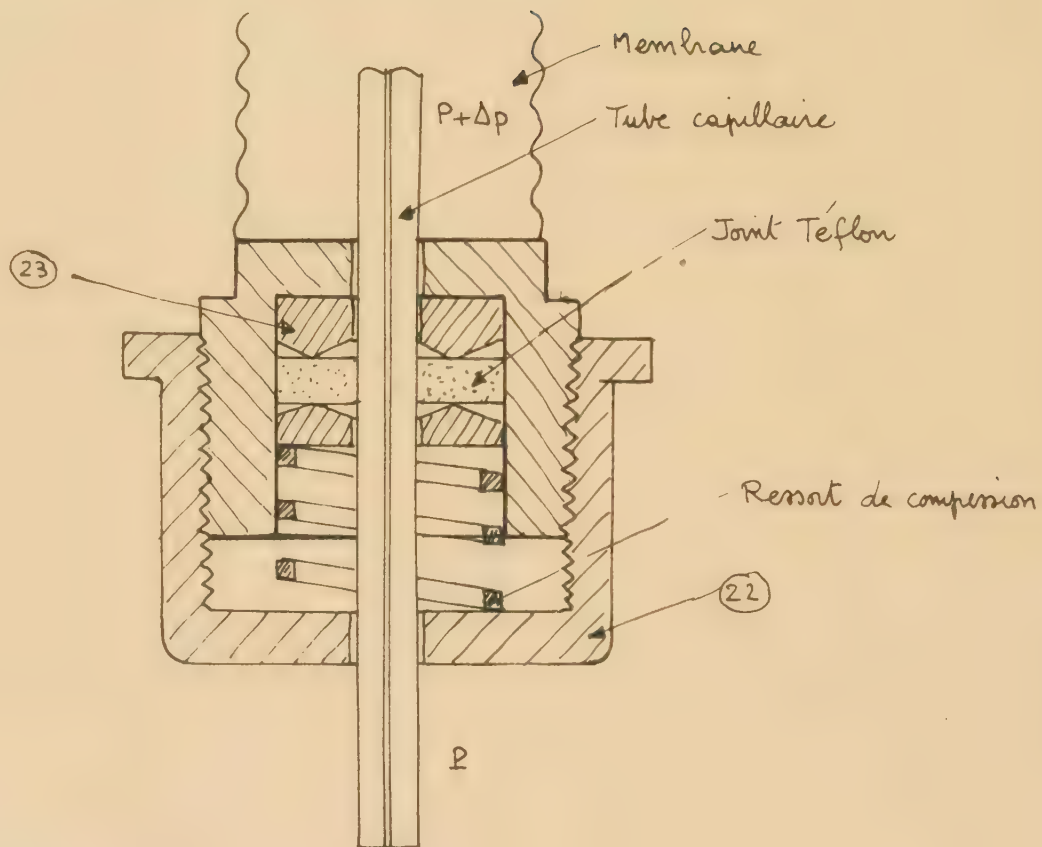


fig 4

Par l'action du corps du pointeau, on transmet un effort d'écrasement à la douille presse joint qui écrase le joint téflon entre le pointeau et le logement dans le piston supérieur. Nous réalisons ainsi l'étanchéité pour toute la gamme de pression à parcourir.

III - 2 - DISPOSITIF D'ÉCOULEMENT : LE TUBE CAPILLAIRE -

Ce tube capillaire de verre (capillaire de polarographie) a pour dimensions :

- $\varnothing$ extérieur = 6 mm
- $\varnothing$ intérieur = 6/100 mm
- Longueur = 160 mm

Ces dimensions s'imposent afin d'obtenir un nombre de REYNOLDS suffisamment petit pour être certain d'être dans un régime d'écoulement laminaire.

a) - Montage du tube -

Il faut que l'étanchéité soit totale entre le volume intérieur de la membrane et l'enceinte haute pression, pour que l'écoulement du fluide ne se fasse que par le capillaire. Le montage du tube a donc été réalisé suivant le schéma ci-joint (fig. 4). Un joint usiné en téflon assure l'étanchéité, quelle que soit la pression externe, par son écrasement au moyen d'un fort ressort dont les spires sont à section carrée.

Les dimensions du tube capillaire données plus haut ne sont qu'un ordre de grandeur. En effet, une grande précision est inutile puisque nous ne faisons que des mesures relatives nécessitant l'étalonnage global du viscosimètre. Notons, toutefois, que dans les conditions d'emploi du viscosimètre, il faut, au minimum, 10 cm de longueur pour le tube capillaire.

b) - Guidage du capillaire -

Il est assuré par un disque usiné en téflon (T) d'épaisseur 3 mm dont le diamètre intérieur est légèrement supérieur à celui du capillaire (quelques 1/10 mm).

Le frottement verre/téflon, dans ces conditions, peut être considéré comme négligeable, cependant qu'il existe un guidage suffisant n'entravant pas le libre déplacement de l'ensemble tube capillaire membrane. Le montage doit être réalisé pour éviter toutes vibrations qui pourraient agir sur la membrane. En effet, il est essentiel que la base de la membrane ne puisse se déplacer que dans le sens de l'axe et sans oscillation. Tout autre déplacement entacherait la mesure d'erreurs, puisqu'il changerait le plan de contact des palpeurs.

Pendant la mesure, nous faisons en sorte qu'aucune vibration ne

puisse se produire. En particulier, le moteur du ventilateur du thermostat est arrêté.

III - 3 - DISPOSITIF DE DETECTION DU MOUVEMENT : LES CONTACTS ELECTRIQUES - (PALPEURS) -

Le problème de la détection du mouvement de la membrane depuis sa course maximale a soulevé maintes difficultés, et ce n'est qu'après de nombreux essais que nous sommes arrivés à une solution satisfaisante. Elle consiste à repérer la position du plan base de la pièce 22 au moyen de contacts électriques (palpeurs) qui doivent, cependant avoir le moins d'influence possible sur le mouvement de la membrane.

a) - Disposition des contacts -

Nous avons disposé les trois palpeurs suivant les sommets d'un triangle équilatéral dont les axes sont le plus proche possible de l'axe de la pièce 22.

Si ces trois palpeurs sont répartis en 2 groupes de 2 contacts P_1 , P_2 , P_3 , les palpeurs P_1 , P_2 constituent le premier groupe qui commande le premier chronoscope et P_2 , P_3 commandent le second chronoscope.

b) - Ressorts -

Pour assurer le contact entre chaque palpeur et la pièce mobile (22), nous avons utilisé de très légers ressorts boudinés coniquement.

Ces ressorts doivent répondre simultanément à 2 conditions quelque peu contradictoires : ils doivent fournir des contacts électriques francs et ne pas avoir de poussée parasite gênante sur la membrane.

Cette deuxième condition est nécessaire si l'on ne veut pas avoir une discontinuité dans l'écoulement du fluide.

On a adopté un compromis dans lequel les constantes k des ressorts ont été choisies assez faibles pour que les poussées soient négligeables devant la force de la membrane, mais, cependant, suffisantes pour avoir des contacts francs. (On a adopté ($k = 8 \text{ g/cm}$) après plusieurs expériences).

Ces ressorts constitués par de la corde de piano de $1/10 \text{ mm}$ de diamètre sont fixés sur leur grande base à un disque en laiton,

lui-même fixé à un fil électrique gainé téflon. Ces disques se logent en force dans un disque en téflon T, ce qui assure leur mise en place et leur immobilité relative.

Le choix et le montage des petits ressorts de rappel ont fait l'objet de soins particuliers. En effet, la forme conique permet d'éviter, à coup sur, malgré la proximité de leurs axes, des courts-circuits entre ressorts qui entraîneraient l'arrêt des chronoscopes.

D'autre part, le petit diamètre du ressort a été choisi très supérieur au diamètre du palpeur ($\varnothing = 2$ mm), ce qui permet de simplifier les montages en supprimant la nécessité d'un alignement parfait des axes du ressort et du palpeur. Ainsi, le ressort de rappel peut pivoter autour du point d'appui au ressort sur le palpeur, sans gêner son mouvement.

c) - Palpeurs -

Ils sont au nombre de 3. Chaque palpeur est constitué par une tige en acier inoxydable dont une butée de diamètre 7 mm limite la course. L'extrémité filetée permet à un écrou et une rondelle de maintenir solidaires le ressort de rappel et le palpeur. Une butée permet d'assurer le jeu nécessaire du ressort de rappel. Notons que chaque palpeur n'est parcouru que par un courant très faible (quelques μ A) sous une tension de l'ordre du volt, qui est appliquée à la commande de l'amplificateur à transistors.

d) - Guide des palpeurs -

Chaque palpeur a été rodé au diamètre de 1,87 mm pour coulisser dans un tube en acier inoxydable de diamètre intérieur 2 mm qui sert de guidage.

Ce tube est monté en force dans un tube de téflon qui assure l'isolement électrique palpeur - masse. Enfin, le téflon est lui-même enfoncé dans un tube en acier inoxydable. Pour éviter le déplacement relatif du guide par rapport au téflon, nous avons percé 2 trous (un à chaque extrémité du tube), dont les axes sont perpendiculaires. Ces trous ont été bouchés avec du Métolux qui joue ainsi le rôle de goupille isolante. Ainsi, le réglage en hauteur des palpeurs s'effectue par déplacement des "guides". La fixation de ceux-ci s'effectue par des vis à six pans creux les maintenant dans leur support commun.

e) - Support des palpeurs - Réglages -

Un support en duralumin reçoit les 3 ensembles - guides. Un réglage grossier de la hauteur des 3 palpeurs est réalisé par déplacement du support fixé par 6 vis à six pans creux sur les tiges de l'armature. Un réglage plus fin (à mieux que 1/10 mm) est possible pour chaque ensemble guide au moyen de leur vis de serrage.

CHAPITRE IV

LA CELLULE HAUTE PRESSION

ET L'APPAREILLAGE ANNEXE.

IV. - CELLULE HAUTE PRESSION ET APPAREILLAGE ANNEXE -

1. - La cellule

- a) - Caractéristiques
- b) - Fonctions
- c) - Les pistons
- d) - Support de la cellule

2. - Dispositif de mesure des temps d'écoulement

- a) - Passages de courant
- b) - Amplificateur électronique
- c) - Chronoscopes

3. - Le banc de pression

- a) - Obtention de la pression
- b) - Contrôle du niveau de mercure dans les cellules
- c) - Contrôle et mesure de la pression
- d) - Mesure précise de la pression

4. - Bain thermostatiques

- a) - Cloche thermostatique, embase et vérins
- b) - Chauffage et ventilation

5. - Armoire électrique

- a) - Fonctions de l'armoire électrique
- b) - Protection des palpeurs et du pont redresseur
- c) - Régulateur de la température du bain thermostaté

VI - CELLULE HAUTE PRESSION ET APPAREILLAGE ANNEXE -

Ce chapitre est consacré à la description de tous les éléments mécaniques et électriques nécessaires au fonctionnement du viscosimètre décrit dans le chapitre III : cellule contenant l'appareil, passages de courant, bain thermostatique, banc de création et de mesure de la pression, dispositif de mesure du temps d'écoulement.

IV - 1. CELLULE HAUTE PRESSION -

Le viscosimètre est entièrement immergé dans une enceinte (cellule) susceptible de résister aux fortes pressions hydrostatiques et contenant le fluide à étudier.

a) - Caractéristiques technologiques -

Elle se présente sous la forme d'un cylindre de 444 mm de longueur et de diamètre extérieur 126 mm. A chaque extrémité sont usinés deux méplats (110 mm sur plats) permettant, au moyen d'une clé, d'immobiliser la cellule lors du serrage des bouchons. A son milieu, perpendiculairement à une génératrice du cylindre, un orifice de 2,4 mm de diamètre, dont l'extrémité extérieure présente un fraisage à 60°, de diamètre 4,8 mm, permet l'introduction du fluide comprimé à étudier.

Chaque extrémité reçoit un bouchon qui se visse dans un alésage taraudé au diamètre 72 mm, pas S. I. de profondeur 50 mm. Ce bouchon sert d'appui à l'ensemble piston-presse joint. Un chanfrein de 2 mm à 45° relie le taraudage à un alésage (diamètre 65 mm $+0,03$ / $+0$) de hauteur 50 mm servant au guidage des pistons, et dont la finition de surface est obtenue par rectification à la meule.

Après montage des pistons, le volume utile de cette cellule est de 0,75 litre. Prévue pour une pression de service de 800 bars, elle a subi l'épreuve réglementaire des Mines à une pression de 1.200 bars.

b) - Fonction de la cellule -

Ce type de cellule, de par sa forme et sa nature, sert d'enceinte pour les gaz corrosifs fortement comprimés, de guidage aux pistons et joints, et de masse d'inertie thermique.

Afin d'obtenir une enceinte susceptible de résister à l'action des gaz corrosifs fortement comprimés, nous avons choisi une cellule en acier "Paudrat" (acier inoxydable qui, par sa teneur en soufre, est "autolubrifiant"). En effet, de façon générale, les manoeuvres de vissage ou dévissage dans un acier inoxydable autre que l'acier "Paudrat" sont fort délicates à cause des risques de grippage inhérents à l'emploi d'acier à forte teneur en chrome et nickel.

L'orifice de 2 mm de diamètre, cité dans le paragraphe précédent,

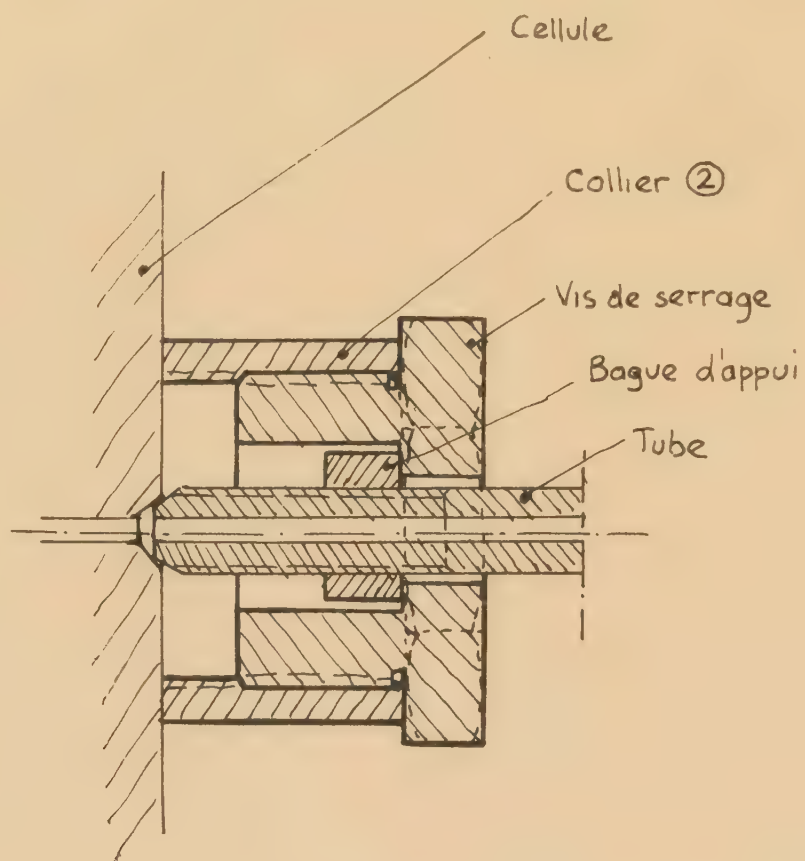


fig 5

est utilisé pour l'amenée du fluide depuis la cellule "source de pression jusqu'à l'intérieur de la cellule contenant le viscosimètre.

Pour réaliser l'amenée du fluide, nous avons utilisé un dispositif classique dans la technologie des hautes pressions, composé :

- d'un collier de fixation, enserrant la cellule. Il est percé et taraudé en face de l'orifice, et reçoit à cet endroit la vis de serrage et le tube d'amenée de pression.
- d'un tube à parois épaisses type 3000 bars, fileté à une extrémité afin d'y visser une bague d'appui. Celle-ci permettra, par l'intermédiaire de la vis de serrage, d'appliquer l'extrémité conique du tube dans l'orifice d'admission du fluide.

Le montage de ce dispositif est donné fig. 5.

Les alésages au diamètre de 65 mm jouent le rôle de surface de guidage, successivement des piston, joint et rondelle. Cette rondelle est ajustée, d'une part sur le piston (ajustage glissant) et, d'autre part, dans l'alésage de 65 mm. Elle assure donc le précentrage et le guidage de l'empilage piston - joint - rondelle. La verticalité de la cellule est vérifiée, d'une part, par un niveau à bulle fixé sur la face plane horizontale de la cellule, d'autre part, au moyen d'un cathétomètre qui sert à un réglage plus fin et définitif. Nous sommes ainsi assurés de la verticalité du viscosimètre puisqu'il est monté coaxial à la cellule.

Par son importante masse, la cellule offre une inertie thermique non négligeable qui intervient lors des variations de la température du bain d'air inhérentes au dispositif de régulation thermique adopté. Pour maintenir la pression dans cette enceinte, le viscosimètre a été conçu pour jouer le rôle de piston.

c) - Les pistons -

En acier inoxydable, ils sont au nombre de 2. Ils coulissent juste dans la cellule (ajustage glissant). La partie filetée ($\emptyset$ 33 pas S I) située à une extrémité, permet leur extraction de la cellule. En effet, le téflon des joints autoserreurs flue sous l'action de la pression et la déformation est permanente. Par conséquent, il est nécessaire de fournir un effort assez important pour arracher les pistons après chaque montée en pression. Deux écrous se vissant sur les extrémités et prenant appui sur les bouchons de la cellule par l'intermédiaire d'une rondelle, servent à l'extraction.

Le piston supérieur assure l'étanchéité de la cellule et la fixation du viscosimètre. En ce qui concerne l'étanchéité elle a été réalisée grâce à l'action de joints, autoserreurs sous l'action de la pression. Nous avons utilisé 2 joints simultanément : l'un en néoprène qui assure par sa déformation aisée l'étanchéité aux faibles pressions

insuffisantes pour créer le fluage du téflon, l'autre en téflon qui assure aux hautes pressions, après fluage, l'étanchéité totale entre l'enceinte sous pression et l'atmosphère. Ce joint doit entrer "gras" dans l'alésage de la cellule et autour du piston. Il doit être soumis à plusieurs cycles de pression, afin que par sa déformation permanente, il épouse exactement la forme de son logement.

Ce piston sert aussi de support au viscosimètre. De plus, il y a été usiné la vanne haute pression spéciale, qui assure la communication entre la membrane et l'enceinte sous pression. A cet effet, il est percé d'un orifice débouchant d'une part entre le siège et le presse-étoupe du pointeau, d'autre part sur la face externe du piston qui est en retrait par rapport à l'alésage de la cellule (repère 10 de la photo 3). Enfin, en jouant sur le vissage du bouchon de la cellule et celui de l'écrou d'extraction vissé sur le piston, on peut régler la course du noyau plongeur dans l'électro-aimant, c'est-à-dire la course de la membrane. Pour ce réglage, nous repérons la longueur comprise entre les pistons à l'aide d'un pied à coulisse de 1 m au 1/20 de mm. Nous tenons compte au montage d'un retrait dû à la compression des joints sous l'action de la pression. (Ce retrait atteint un millimètre). Nous avons ainsi la cote de fonctionnement optimale pour la course du noyau plongeur.

Le piston inférieur (repère 3 de la photo n°3), réalise l'étanchéité à la partie inférieure de la cellule par le même ensemble de joints décrit plus haut. De plus, il sert de support pour l'électro-aimant. Celui-ci est solidaire d'une plaque fixée elle-même au piston au moyen de 3 vis en acier inoxydable à tête fraisée avec 3 entretoises la maintenant distante de 14 mm de la face du piston où sont disposés les passages de courant.

Le viscosimètre a été conçu pour travailler dans la position verticale. L'axe de symétrie de l'ensemble cellule-viscosimètre sera donc vertical (repérage avec un niveau à bulle fixé sur la cellule). Par construction, les diverses pièces ont été réalisées de telle façon que les faces jouant le rôle de portée soient ou parallèles ou perpendiculaires à cet axe.

Ces conditions étant remplies, l'assemblage des organes jouant le rôle de guide (pistons, rondelles joints en téflon, repères 3, 4, 5, 10 sur la photo n°3) permettra de disposer le viscosimètre coaxial à la cellule, donc verticalement. En effet, toutes les faces d'appui ayant été usinées perpendiculairement à leur axe, leur empilement ne pourra s'effectuer que suivant des plans parallèles entre eux et perpendiculaires à l'axe. Il faut noter qu'en ce qui concerne le viscosimètre, sa symétrie de révolution et son élongation axiale en fonctionnement vertical ont été vérifiées à l'aide d'un cathétomètre.

d) - Support de la cellule -

La cellule contenant le viscosimètre doit être disposée verticalement dans l'enceinte thermostatée. Pour cela, nous avons réalisé un support qui doit d'une part maintenir la cellule verticale, d'autre part être amovible pour permettre l'introduction du viscosimètre par le bas de la cellule (seul mode d'introduction possible).

Il se compose essentiellement du collier de sécurité supérieur, et du support proprement dit. Le collier ne sert que pour éviter le basculement de la cellule posée sur le support. Le verrouillage rapide de ce collier s'effectue grâce à l'écrou à oreilles se vissant sur une tige soudée dans la partie fixe du collier.

Sur le support repose le poids total de la cellule. Il est fabriqué de façon à offrir une très grande rigidité (tôle de 2 mm d'épaisseur, soudée à des tirants en fer en T). Le réglage de la verticalité de la cellule s'effectue au moyen de 3 vis disposées à la base du support. Trois écrous soudés à la tôle permettent le réglage en hauteur des vis. Trois contre-écrous empêchent leur desserrage éventuel. Un des montants du bain sert d'axe de rotation au support et au collier de sécurité supérieur. La hauteur du support et du collier supérieur peut se régler grâce à des butées amovibles immobilisées sur le montant par des vis. Le support possède à sa base un orifice de 80 mm de diamètre permettant l'introduction du viscosimètre et le blocage des bouchons sur la cellule lorsque celle-ci repose sur son support.

La mise en place du viscosimètre s'effectue en amenant le support de la cellule à l'extérieur du bain thermostaté (en le faisant pivoter autour du montant servant d'axe de rotation). Dans cette position, il est aisé de poser la cellule sur son support et d'introduire le viscosimètre par le bas de la cellule. On peut alors régler, grâce au pied à coulisse de longueur 1 m (comme nous l'avons vu au paragraphe concernant les pistons), la course du noyau de l'électro-aimant. Ce réglage terminé, on fait de nouveau pivoter le support avec la cellule contenant le viscosimètre de façon à l'introduire dans l'axe du bain thermostaté. On raccorde l'amenée du fluide à la cellule et on parfait le réglage de la verticalité grâce au cathé-
tomètre.

IV - 2. DISPOSITIF DE MESURE DES TEMPS D'ECOULEMENT -

a) - Passages de courant -

Afin d'alimenter l'électro-aimant et de relier les contacts électriques servant à la détection du mouvement aux chronoscopes, nous avons employé 4 passages de courant : un pour amener 150 volts

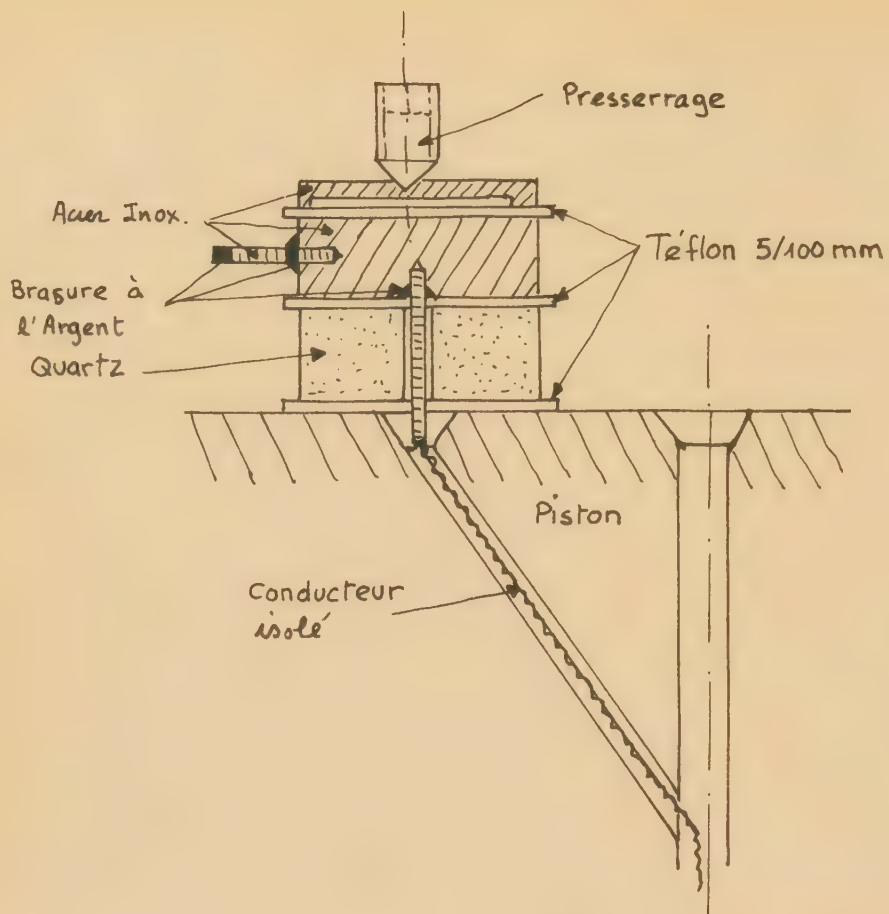


fig. 6

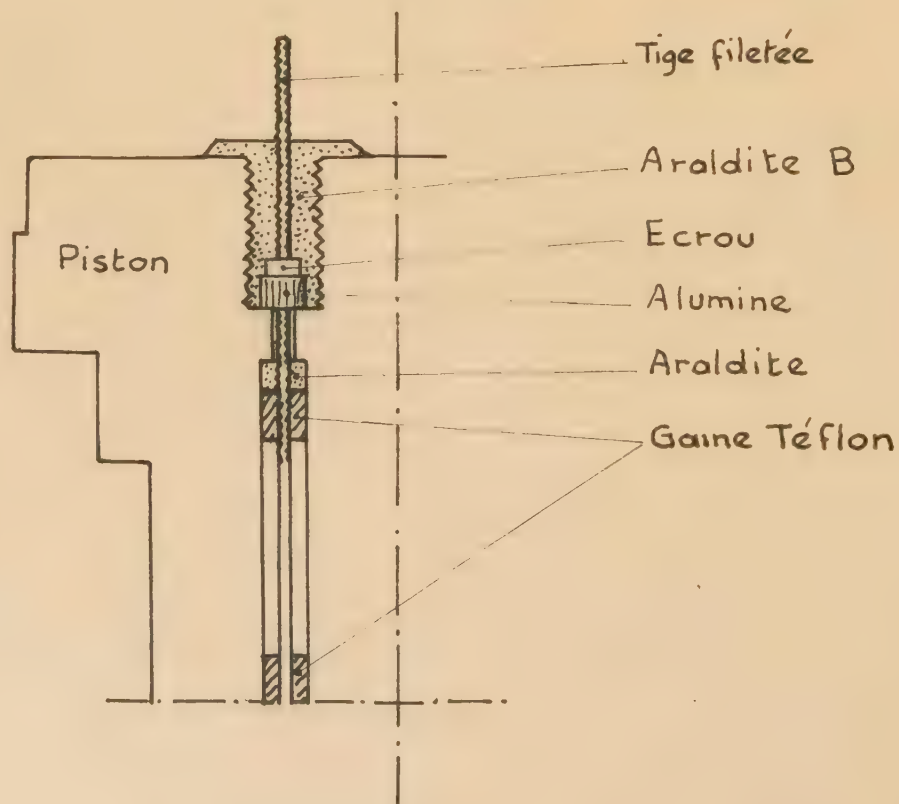


fig 7

continu à l'électro-aimant, trois pour amener les quelques volts nécessaires aux contacts électriques. Remarquons que pour éviter un cinquième passage de courant, nous avons mis le pôle négatif de l'alimentation de l'électro-aimant à la masse. Ces passages ont été conçus pour assurer l'isolement et l'étanchéité en haute pression. Ils doivent évidemment être constitués par des matériaux susceptibles de résister à la corrosion et, en particulier, à l' H_2S du gaz de LACQ. Ces considérations nous ont conduit à utiliser de l'acier inoxydable du téflon et des céramiques ou des verres.

Nous avons utilisé essentiellement deux types de passages de courant autoserreurs (quartz et acier inoxydable), et céramiques soudées.

D'un type classique en technique des hautes pressions, les pastilles de quartz (fig. 6) ont l'avantage d'offrir une capacité parasite de quelques picofarads. La portée du quartz sur le piston doit être spécialement soignée (portée plane rodée) et les joints en téflon doivent être assez minces (5/100 mm) pour éviter un trop grand fluage sous l'action de la pression.

Une vis à six pans creux permet un préserrage assurant la mise en place et le maintien de l'ensemble des 4 pastilles de quartz. La pression de l'enceinte assure, par la suite, l'écrasement du téflon assurant l'étanchéité.

Ces passages de courant donnent entière satisfaction à l'emploi en pression permanente. Par contre, de nombreux cycles de pression amènent leur détérioration, ce qui implique le remplacement des joints en téflon et, assez fréquemment, des pastilles de quartz elles-mêmes.

Le type de passage de courant qui nous a donné entière satisfaction pour les gammes de pression et de température dans lesquelles nous avons travaillé est représenté fig. 7. Il est essentiellement constitué par une tige filelée en acier de diamètre 2 mm, et de 150 mm de longueur. Sur celle-ci est vissé un écrou cylindrique de diamètre 4 mm, s'appuyant sur un petit cylindre creux en alumine, de diamètre extérieur 5 mm, intérieur 2,5 mm et hauteur 4 mm environ. Les faces de ce cylindre sont planes et parallèles entre elles. L'une sert d'appui pour l'écrou, l'autre repose sur le fond plat d'un trou taraudé de 6 mm au pas de 1 mm. Ce trou est usiné dans le piston, côté haute pression, jusqu'à 20 mm de profondeur, et est prolongé par un orifice de 3 mm débouchant sur la partie du piston placée à pression atmosphérique. Deux petits morceaux de gaine téflon centrent la tige dans cette partie du piston, et assurent l'isolement électrique. Du côté haute pression, tout le volume libre jusqu'au niveau de la face du piston est rempli de résine polymérisable à plus de 120°C (Araldite B), qui assure isolement et étanchéité.

b) - Amplificateur électronique -

Il nous faut connaître d'une façon très précise, dans des conditions de pression et de température déterminées, la valeur des temps d'écoulement du fluide à travers le tube capillaire entre deux repères dont la position doit rester invariable.

Pour cela, la détection des temps d'écoulement s'effectue, comme nous l'avons exposé dans le chapitre III, au moyen de deux groupes de deux palpeurs électriques qui commandent un amplificateur à transistors. On évite ainsi de faire circuler des courants intenses qui détérioreraient la surface de contact des palpeurs et qui modifieraient, par conséquent, la distance entre les deux repères fixes. L'amplificateur à transistors est commandé par le très faible courant (quelques microampères) circulant par le circuit des palpeurs.

Cet amplificateur peut se décomposer en trois parties : une alimentation séparée, un montage amplificateur et un relais.

L'alimentation est du type classique et comprend un transformateur dont le secondaire délivre une tension de 35 volts alternatifs redressés par un élément redresseur BB X 005 IN 538. Le courant redressé (une alternance) est filtré par la cellule de filtrage constituée par un condensateur électro-chimique (500 μ F - 30 V) et une self-inductance constituée par le secondaire du transformateur lui-même. Une résistance de 22 ohms sert de résistance de protection en limitant le courant lors de la charge du condensateur. Un montage potentiométrique fournit les tensions de polarisation de l'amplificateur.

Le montage amplificateur est constitué par des transistors 2 X OC 71, 1 X OC 140 et 1 X OC 77, cablés comme il est indiqué dans le schéma (fig. 8). Les montages constitués par les OC 71 et le OC 140 assurent la commutation des circuits palpeurs. Le transistor OC 77 est monté en étage de puissance actionnant le relais ACRM. Le fonctionnement de ce commutateur électronique est le suivant ; quand les 2 palpeurs P₁ et P₂ sont à la masse, le relais n'est pas excité et reste sur la position contact repos. Dès qu'un des palpeurs coupe le circuit de la masse, le relais est excité par suite de la conduction des transistors et, enfin, lorsque les 2 palpeurs sont décollés, les transistors ne sont plus conducteurs par suite des polarisations appliquées. Le relais n'étant plus excité revient à sa position repos.

Le relais (fabrication ACRM, 24 V, R = 740 Ω) est un relais double inverseur qui a été monté en simple interrupteur afin d'avoir des contacts plus puissants. Ses contacts sont sous atmosphère d'azote ; il est entièrement étanche. Il est utilisé en relais primaire commandant les électro-aimants et provoquant le déclenchement des chronoscopes électriques.

Notons que ce relais prévu par une tension de fonctionnement de 24 volts continus accepte cependant une tension de 13 volts continus pour fonctionner correctement.

c) - Les chronoscopes électriques

Chaque groupe de palpeurs commande, par l'intermédiaire du commutateur électronique, un chronoscope électrique rendant absolument automatique la mesure des temps d'écoulement.

Avec ces types de chronoscopes à trois cadrans, nous pouvons lire des temps d'écoulement compris entre 0 et 1.000 secondes au 1/100 de seconde près. Ces chronoscopes électriques (marque JAQUET) présentent le grand intérêt d'un temps de réponse très court. En effet, chaque chronoscope contient un moteur synchrone 220 V, 50 périodes commandant les aiguilles à une vitesse correspondant exactement à la fréquence du secteur. Un accouplement à friction intercalé entre le moteur et l'axe de l'aiguille centrale est embrayé ou débrayé instantanément à l'aide d'un électro-aimant provoquant ainsi le départ ou l'arrêt instantané des aiguilles, le moteur étant en marche permanente. Les périodes de démarrage et l'arrêt du moteur pendant lesquelles le synchronisme ne serait pas réalisé n'entrent, par conséquent, pas en jeu pour la mesure du temps. Le départ et l'arrêt des aiguilles sont commandés par des impulsions électriques successives sur l'électro-aimant lui-même commandé par le relais ACRM du commutateur électronique. Un deuxième électro-aimant sert à la remise au zéro des aiguilles. Les électro-aimants sont alimentés par du courant continu fourni par une cellule redresseuse incorporée au chronoscope.

L'expérience montre que sur une série de 10 mesures, toutes choses égales par ailleurs, les temps peuvent varier de près de 0,5 seconde autour d'une valeur moyenne de 200 secondes. L'origine de cet écart ne peut être attribuée qu'à des défauts inhérents au fonctionnement du viscosimètre. Par conséquent, la précision de 1/100 de seconde des chronoscopes s'avère superflue, et il nous suffit de faire les lectures à 1/10 s. Malgré cela, l'erreur commise dans la détermination des temps d'écoulement est négligeable par rapport aux erreurs introduites par le viscosimètre lui-même.

IV - 3. BANC DE PRESSION -

Afin d'obtenir la pression de travail, et pour pouvoir la mesurer, nous avons réalisé un banc de pression constitué par une cellule tampon, une cellule de transfert, une pompe oléopneumatique et une balance manométrique. La figure 9 indique le fonctionnement de principe de ce banc.

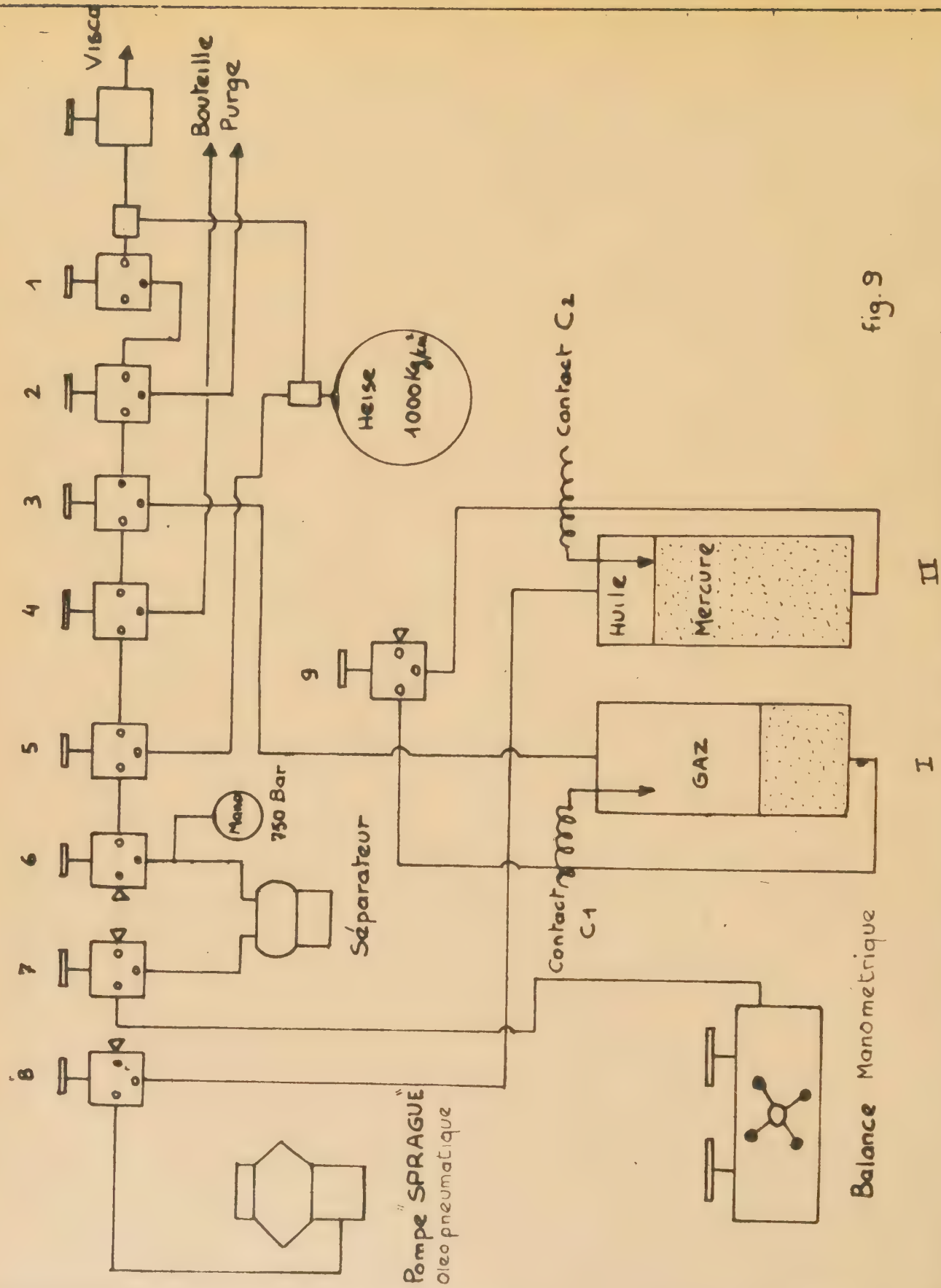


fig. 9

a) - Obtention de la pression -

La pompe oléopneumatique (photo d'ensemble n°10) permet d'obtenir une pression d'huile pouvant dépasser 2.000 bars. Elle est essentiellement constituée par un piston différentiel dont le rapport des sections est de 300. La partie basse pression est actionnée par de l'air comprimé (pression de 7 bars au maximum). L'huile hydraulique contenue dans un ressort situé au-dessus de la pompe, est admise dans le cylindre par un clapet à bille. Un autre clapet interdit le retour dans le cylindre de l'huile comprimée. Le débit est réglé par une vanne disposée dans le circuit pneumatique. Le débit d'huile à haute pression est voisin de 5 cm³/mm. Cette huile déplace le mercure de la cellule II (fig. 9). Celui-ci comprime le gaz initialement admis à la pression P_0 dans la cellule I jusqu'à une pression P_1 , atteinte quand le mercure affleure le contact C_1 .

Dans le premier stade de la manipulation, on relie la cellule du viscosimètre à la cellule I et on injecte le gaz à la pression P_0 . Grâce à la pompe, on recomprime l'ensemble jusqu'à une pression P_1 . On isole alors le viscosimètre par la vanne V_1 et on rechasse le mercure en réadmettant l'huile dans le réservoir, grâce à la pression du gaz restant dans la cellule I. Dans une deuxième étape, on remplit la cellule I de gaz à la pression P_0 et on la recomprime à la pression P_1 : à ce moment, la même pression règnant dans le viscosimètre et dans la cellule I, on ouvre la vanne V_1 et on continue à recomprimer jusqu'à pression P_2 . On continue ainsi par étape jusqu'à ce que la pression de travail requise soit obtenue dans le viscosimètre.

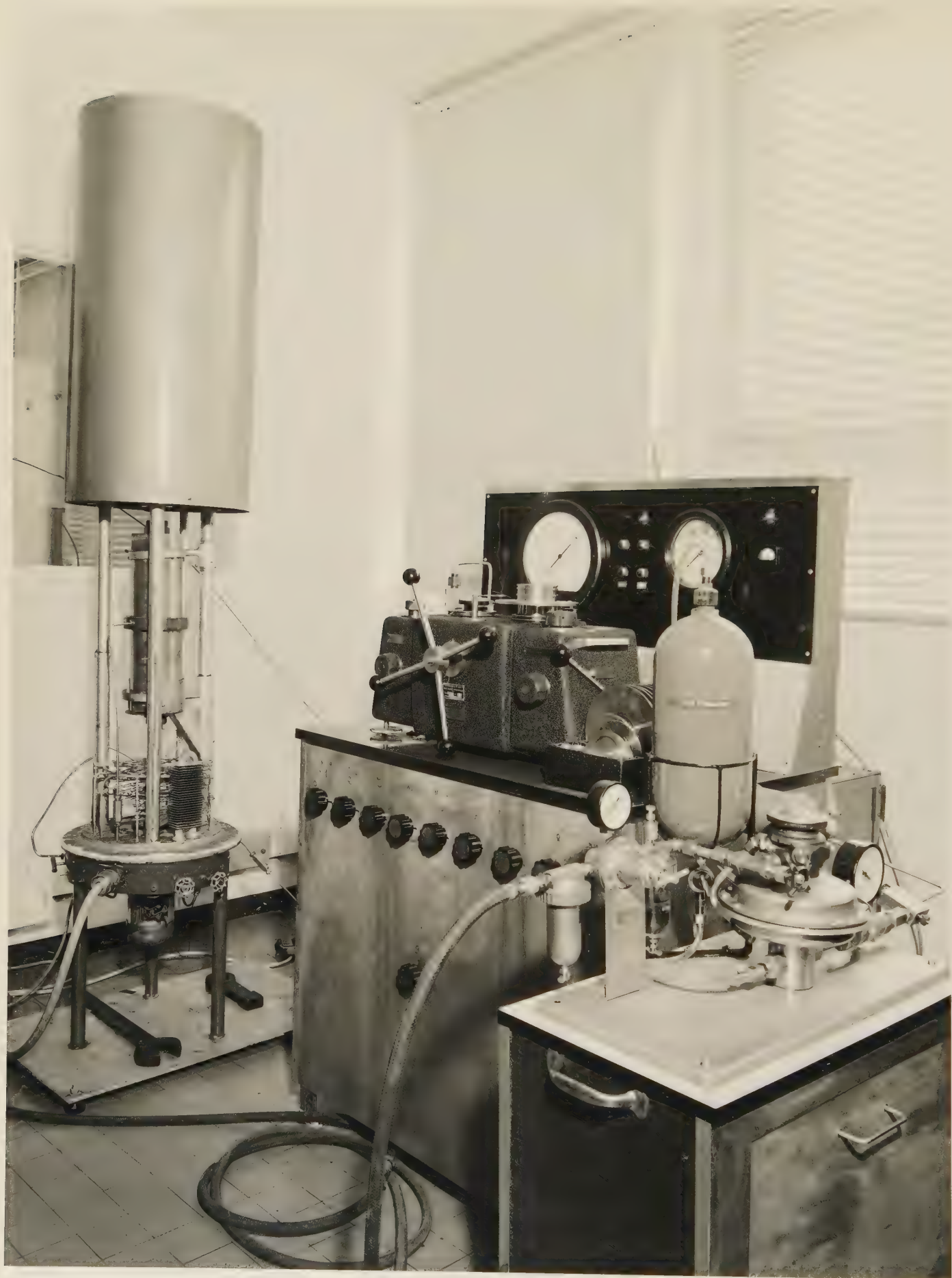
b) - Contrôle du niveau de mercure dans les cellules -

Il est essentiel que le mercure ne puisse pénétrer accidentellement dans le viscosimètre, ni dans la pompe. Afin de protéger ceux-ci et de conserver le mercure dans les cellules où il doit rester, les contacts C_1 et C_2 commandent deux relais qui, par leur basculement repos-travail, allument chacun des 2 voyants, rouge et un vert, et de plus, déclenchent une sonnerie électrique.

Lorsque le mercure ne touche aucun des contacts, les 2 voyants verts sont allumés. Dès que le mercure affleure l'un des contacts électriques, le relais correspondant à la cellule où se trouve le contact déclenche la sonnerie et le voyant rouge s'éclaire. On dispose donc d'un moyen de repérage des positions maximales permises du mercure.

c) - Contrôle et mesure de la pression -

Deux manomètres permettent à tout instant de connaître la pression régnant dans les cellules. Le premier est un manomètre de



précision de calibre 1000 Kg/cm², placé dans le circuit du viscosimètre. Le second de calibre 750 bars, est placé dans le circuit hydraulique. Pour les pressions allant jusqu'à 600 bars, une mesure exacte à 1°/° peut être obtenue en utilisant la balance monométrique.

d) - Mesure précise de la pression - Balance manométrique -

Le principe d'une balance manométrique est simple : un piston vertical de section S plongeant dans un cylindre est en équilibre sous l'effet de 2 forces antagonistes : un poids P exerçant une force de haut en bas et une pression d'huile p (celle à mesurer) exerçant une force pS de bas en haut. Le piston étant en équilibre sous l'influence de ces deux forces nous avons : $pS = P$ d'où $p = \frac{P}{S}$. Pour éliminer les frottements mécaniques du piston plongeur, celui-ci est animé d'un mouvement de rotation. La pression est transmise par l'intermédiaire d'une huile spéciale.

Cette balance manométrique permet des mesures d'une bonne précision : les poids sont tarés avec une précision de 1/2500 et la section est connue au 1/10 000. Il en résulte que la pression est déterminée à mieux que 1/1000 près à la température de 20°C ($\pm 2^\circ$). L'emploi de la balance manométrique aux basses pressions s'imposait si l'on voulait connaître la pression au 1/1000 près. En effet l'utilisation d'un manomètre basé sur la déformation élastique d'un tube ou d'une membrane métallique présente un certain nombre d'inconvénients. La fatigue du métal due aux déformations alternées compromet la fidélité des manomètres et de plus les coups de béliet faussent définitivement leurs indications. Aussi l'on préfère effectuer soit toutes les mesures à la balance, soit avec un manomètre de précision étalonné avec soin et dont on vérifie fréquemment l'indication.

La balance manométrique est montée avec un séparateur huile-mercure et un galvanomètre qui indiquent à tout instant l'équilibre en pression huile-mercure donc huile gaz. Le séparateur comporte deux passages de courants étanches qui jouent le rôle de contacts électriques. Pendant la mesure de pression, il faut maintenir le niveau du mercure entre ces 2 contacts. L'ensemble du banc de pression est logé à l'intérieur d'un meuble (photo 10). A la partie supérieure se trouvent tous les appareils de mesure et à la partie inférieure sont disposées la tuyauterie haute pression, les vannes et les 2 cellules tampon.

IV - 4. BAIN THERMOSTATIQUE -

Afin de maintenir l'enceinte sous-pression à une température constante nous avons créé un bain thermostatique. A priori, nous avons le choix entre

les bains à liquide et les bains à air. La gamme de température utilisée (jusqu'à 150°C) nous a fait écarter les bains à eau. Les difficultés de montage et de démontage du viscosimètre dans l'huile et la recherche éventuelle de fuites nous ont fait écarter la solution du bain à huile. Par conséquent, nous avons utilisé un bain à air, solution qui présente l'inconvénient de demander un temps de stabilisation plus long qu'avec un liquide, ce qui n'est pas gênant dans notre cas, mais qui se révèle à l'usage beaucoup plus propre et pratique que le bain à liquide.

a) - Cloche thermostatique et embase -

Elle est constituée par 2 cylindres coaxiaux isolés thermiquement l'un et l'autre par des granulés de matériau réfractaire poreux. La cuve intérieure est un cylindre de diamètre 450 mm, hauteur 884 mm, de volume utile 140 litres très grand par rapport au volume de la cellule (5 litres) et permettant ainsi un bon brassage de l'air. Des passages étanches sont pratiqués à la partie supérieure pour permettre la manoeuvre de la vanne, l'introduction des fils électriques et la mise en place du thermomètre à contacts utilisés pour la régulation. La cloche repose par son propre poids sur un joint circulaire en amiante (10 mm d'épaisseur) renforcé par du "Métolux" disposé sur l'embase. Sur cette dernière sont fixés les vérins, le moteur du ventilateur, les passages des résistances électriques et de la circulation d'eau de refroidissement. L'embase repose par 3 pieds sur un socle, lui-même monté sur amortisseur.

Il nous est nécessaire, pour pouvoir monter ou démonter le viscosimètre, de soulever la cloche, afin de libérer l'accès à la cellule et à son support. Pour ce faire, trois verins actionnés à l'air comprimé assurent la montée et la descente de la cloche. Chacun d'eux peut exercer une poussée de 30 Kg. La cloche arrivée en position haute est maintenue dans cette position par 3 cales d'immobilisation, en forme de came montées à demeure sur les verins et mises en place par rotation autour de ceux-ci. Cette technique permet de ne pas laisser en permanence les verins sous pression d'air. La disposition des trois pistons à 120° assure le guidage de la cloche au cours des déplacements.

L'apparition d'une fuite dans la cellule, pendant l'étude d'un gaz combustible (gaz de LACQ, méthane) pourrait créer dans la cuve un mélange éventuellement détonant (gaz et air). Dans ce cas, le montage adopté assurerait une certaine sécurité en cas d'explosion, la cloche jouant à la fois le rôle de soupape et d'écran.

b) - Chauffage et ventilation -

Aussi bien pour la résistance principale que pour la résistance d'appoint, nous avons choisi des dispositifs de chauffage évitant le contact du fluide, contenu dans la cloche (air et éventuellement gaz provenant d'une fuite), avec le fil chauffant.



La résistance principale de 2000 w, soumise à la régulation, est constituée par un "thermocoax" blindé. Le chauffage est donc indirect, c'est-à-dire que le fil en alliage nickel-chrome chauffe, à travers la magnésie, le blindage qui rayonne la chaleur. Cette résistance est enroulée en hélice disposée à la base de la cuve, au-dessus de l'hélice du ventilateur. La résistance d'appoint également étanche et antidéflagrante, a une puissance maximale de 500 w. Elle possède une grande inertie thermique car elle est à dissipation par ailettes, ce qui en limite l'utilisation au chauffage de "fond" non régulé.

Pour homogénéiser la température dans toute l'enceinte, le ventilateur pulse l'air chaud sur des ailettes disposées au-dessus de la résistance principale. On assure ainsi un bon brassage de l'air chaud. Le moteur du ventilateur a été calculé largement (250 VA), car il doit fonctionner en permanence. Ce moteur est protégé par un disjoncteur thermique. Une conduite en tube de cuivre enroulée en hélice à côté de la résistance principale a été prévue pour le cas où l'on voudrait créer un abaissement de température par circulation d'eau ou d'un réfrigérant.

IV - 5. ARMOIRE ELECTRIQUE -

Nous avons regroupé dans cette armoire l'équipement nécessaire à l'alimentation, la régulation, le contrôle et la mesure des diverses consommations électriques de notre installation : chauffage, ventilateur, électro-aimant, amplificateur, chronoscope.

Elle se présente sous la forme d'un coffre de 60 x 80 cm de face et de profondeur 25 cm, (photo n°11), reposant sur chassis tubulaire. Sur la face avant, on distingue les appareils de mesure (électrique et de temps), les appareils de contrôle électriques, les interrupteurs, inverseurs et les fusibles de protection. Du point de vue de la protection électrique, nous avons relié le chassis "à la terre" du bâtiment. Nous avons prévu, en plus des disjoncteurs électromagnétiques, des disjoncteurs thermiques réglables et des fusibles calibrés.

Les voyants lumineux indiquant le déroulement des opérations permettent de contrôler, d'un simple coup d'oeil, le fonctionnement général de l'appareillage. Enfin, les 3 voyants de phase permettent d'être assuré d'une alimentation secteur correcte.

a) - Fonctions de l'armoire électrique : la cellule redresseuse et son alimentation

Nous avons groupé dans cette seule armoire trois fonctions bien distinctes : production du courant continu, régulation de la température du bain thermostatique, mesure des temps d'écoulement.

Afin d'alimenter l'électro-aimant avec du courant continu, nous

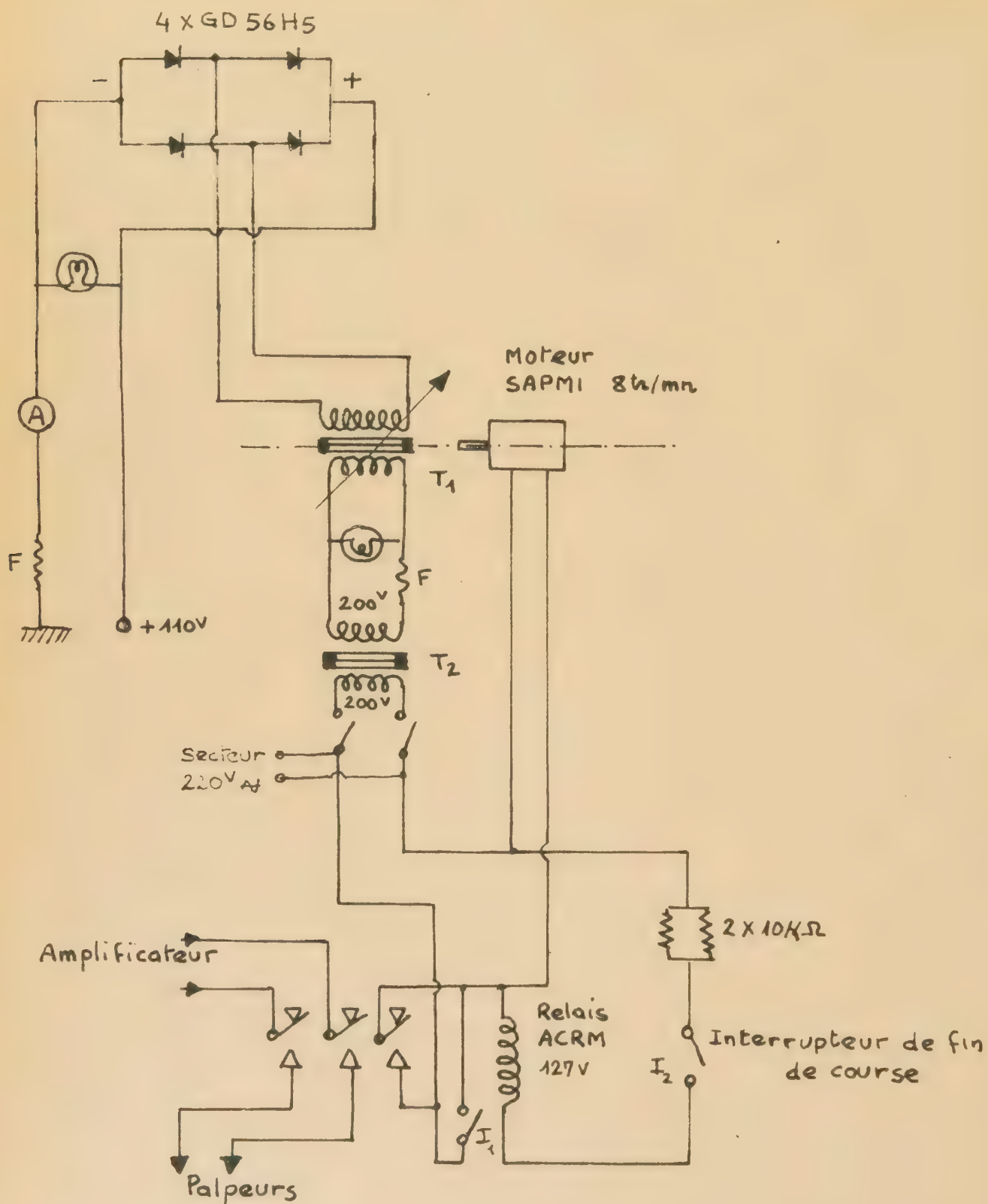


Fig 12

avons été amenés à construire un convertisseur de courant alternatif en courant continu. Les divers éléments du montage sont indiqués sur le schéma. On y trouve : une cellule redresseuse constituée par 4 redresseurs au silicium (GD 56 H₅ "SORAL") montés en pont de Wheatstone et capables de débiter un courant continu de 10 A avec un système de refroidissement. Ce dernier est constitué par 4 disques en cuivre de 10 cm de diamètre et 2 mm d'épaisseur, fixés sur un barreau isolant (plexiglas) qui assure le maintien et l'isolement de l'ensemble. Le courant redressé ainsi délivré alimente l'électro-aimant à travers un fusible de protection.

Si, sans autre précaution, nous alimentons la cellule redresseuse directement par le courant de 125 volts du secteur, nous aurons, lors de l'ouverture du circuit, à cause de la grande self-inductance de l'électro-aimant, une force électromotrice induite très grande. Celle-ci est alors susceptible de détériorer rapidement les éléments redresseurs (choisis cependant pour résister à une tension inverse de 1.160 volts). Pour tenir compte de ce phénomène physique, nous avons mis au point un montage plus élaboré qui nous permet de réduire considérablement la force électromotrice induite jusqu'à une valeur compatible avec l'emploi de nos redresseurs. Considérons l'expression de la force électromotrice induite lors de la coupure du courant dans un circuit selfique. Elle a pour valeur $E = - L \frac{dI}{dt}$ L est une constante (self-inductance) dépendant du bobinage (nombre de spires, section, longueur, etc...) qui a pour valeur dans le système C G S

$$L = \frac{1}{10^9} \frac{4 N^2 S}{\sqrt{\quad}}$$

Nous voyons donc que pour réduire E, L étant donné, on ne pourra agir que sur $\frac{dI}{dt}$, c'est-à-dire sur la variation du courant qu'il faudra rendre très petite. Pour cela, nous avons utilisé un ensemble comprenant un roto-transformateur, un transformateur T₂, un moteur électrique (SAPMI) très démultiplié (8 tours par minute), et un relais (ACRM) (127 V/5 A) auto-alimenté. Le montage électrique de l'ensemble est donné dans la figure 12.

Si nous alimentons la cellule redresseuse par le courant alternatif délivré par le secondaire du roto-transformateur T₁, dont la tension est décroissante au cours du temps, le relais ACRM reste auto-alimenté, quand on envoie une impulsion à l'interrupteur I₁. Par ses contacts, nous fermons le circuit comprenant le moteur SAPMI, monté en bout d'axe sur le roto-transformateur T₁, alimenté lui-même par le secondaire du transformateur T₂. Pendant ce temps, les palpeurs qui passent par les contacts repos du relais et qui commandent l'amplificateur à transistors sont en circuit ouvert. Dès lors, la tension délivrée par T₁, proportionnelle à l'angle de rotation de son curseur solidaire du moteur d'entraînement, va en décroissant jusqu'à une valeur de quelques volts : cette valeur est réglable par le positionnement de l'interrupteur I₂ disposé en fin de course du moteur. L'ouverture de I₂, quand le curseur arrive en fin de course, coupe l'excitation du

relais. Par conséquent, les contacts du relais referment le circuit des palpeurs et coupent l'alimentation secteur. Le moteur n'étant plus alimenté, un ressort de rappel peut ramener le curseur du rototransformateur à sa position initiale. Un voyant lumineux, commandé par une came montée sur l'axe du moteur, s'allume, indiquant la possibilité d'un nouveau cycle de fonctionnement. Dans la position de départ du curseur, le roto-transformateur est réglé pour délivrer une tension alternative de 150 V.

b) - Protection des palpeurs et du pont redresseur -

Nous avons vu que le circuit des palpeurs reste ouvert tant que du courant continu circule à travers l'appareil. En effet, il ne faut pas qu'un retour par la masse risque d'amorcer un arc entre les palpeurs et la masse. Cet arc de rupture détériorerait l'extrémité des palpeurs et le plan de contact de ceux-ci et, par suite, ferait varier de façon inconnue leur distance, faussant les mesures du temps d'écoulement.

Le transformateur T₂ permet de disposer d'une tension de 200 V. isolée de la masse pour alimenter la cellule redresseuse. En effet, comme le pôle négatif de la cellule redresseuse est mis à la masse, l'alimentation en direct du rototransformateur par le secteur 220 V. provoquerait un court-circuit par mise à la masse de l'une des phases.

La fermeture du circuit du courant continu destiné au fonctionnement de l'électro-aimant s'effectue au moyen d'un relais commandé par l'interrupteur I₁ situé à proximité de la vanne d'admission du gaz à l'intérieur du viscosimètre. Le temps de mise sous tension de l'électro-aimant (3 à 4 secondes) est suffisant pour que la membrane se remplisse et que l'opérateur puisse refermer la vanne. En ce qui concerne la protection de la cellule redresseuse, nous avons envisagé d'autres solutions que celle décrite ci-dessus : soit monter des varistances en parallèle sur l'organe à protéger, soit monter des redresseurs en opposition sur les redresseurs actifs. Mais, ces deux solutions ne se révèlent pratiquement valables que dans les cas où la puissance électrique mise en jeu est faible. Pour des puissances assez importantes, la méthode du rototransformateur variable s'avère la meilleure.

c) - Régulation de la température du bain thermostaté -

Les puissances de chauffage devant être réglables selon la température désirée, nous avons utilisé un linéotransformateur capable de débiter jusqu'à 12 A. sous 220 V. La tension est réglable à l'aide d'une manivelle. Un voltmètre monté avec un inverseur permet la lecture des tensions aux bornes des 2 résistances. Un ampèremètre monté sur le secondaire du transformateur donne l'intensité du courant de chauffage. Il est donc aisé, à tout instant, de contrôler la puissance de chauffage. Celle-ci

est réglés par le linétransformateur de façon à se trouver dans les conditions optimales de régulation, où le temps de coupure est égal approximativement au temps de chauffage. La régulation de la température du bain thermostaté est pilotée par un thermomètre à mercure à contacts qui constitue, du point de vue électrique, un interrupteur sensible à l'action de la température ambiante. Il commande un circuit auxiliaire (relais sensible) lequel, à son tour, commande un relais de puissance. Ce dernier permet de commuter des puissances de plusieurs centaines de watts. Pour nos manipulations, nous disposons d'un jeu de thermomètres (de 0°C à 150°C), à lecture au $1/4$ de degré centigrade, mais sensible à mieux que $1/20^{\circ}\text{C}$.

Dans le cas où le relais sensible ne fonctionnerait pas, nous avons prévu un bilame de sécurité réglé à une température supérieure à la température de régulation et placé dans le circuit de bobine du relais de puissance. Son ouverture, en cas de surchauffe, coupe l'alimentation des résistances. Cette précaution est absolument nécessaire quand nous faisons des mesures à de hautes pressions. En effet, toute élévation de la température entraîne une augmentation de la pression qui risque alors de dépasser la pression de service déterminée lors de l'épreuve des Mines.

Enfin, nous pouvons contrôler le fonctionnement de la résistance de chauffage. En effet, pour être certain du fonctionnement réel de cette résistance, il suffit d'être sûr que le courant la traverse. Or, un voyant lumineux placé en dérivation sur une résistance indique seulement que celle-ci est sous tension, sans prouver qu'elle est parcourue par le courant. C'est ce qui nous a conduit à adopter le montage suivant : un relais sensible fonctionnant sous une tension continue de quelques volts, est alimenté par un pont redresseur (constitué par 4 diodes au silicium OA 85). Nous alimentons ce pont par la tension alternative recueillie aux bornes d'une résistance r mise en série avec la résistance de chauffage R . Connaissant la tension continue minimale nécessaire au fonctionnement du relais et sachant dans quelle gamme varie l'intensité traversant la résistance de chauffage, nous déduisons la valeur de r . Connaissant l'intensité, nous pouvons calculer les caractéristiques du fil résistant r (diamètre et longueur). Le fonctionnement de cet ensemble est le suivant : quand un courant I traverse la résistance R , il apparaît aux bornes de la résistance r la tension $u = r I$. Elle est redressée par le pont qui excite le relais, lequel en "collant" met en circuit une lampe néon sur le secteur.

Si la résistance d'appoint R vient à se casser, alors $u = 0$ et le néon s'éteint indiquant le non fonctionnement de la résistance R .

CHAPITRE V

ETUDE COMPAREE DES RESULTATS

EXPERIMENTAUX

V. - ETUDE COMPAREE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX -

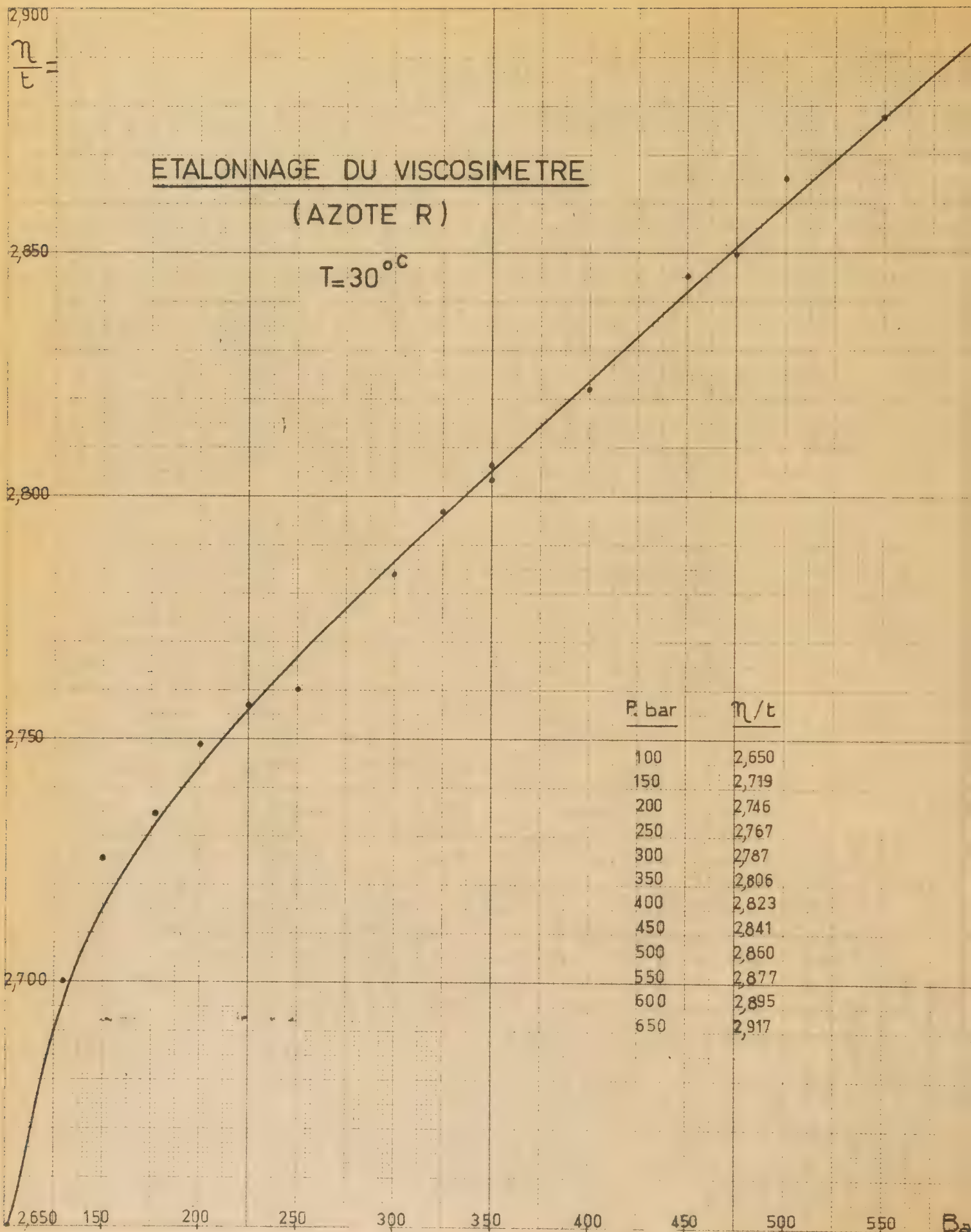
1. - Etalonnage de l'appareil
2. - Résultats expérimentaux - Comparaison avec les données de la littérature.
 - a) - Argon
 - b) - Méthane
 - c) - gaz brut de LACQ
3. - Théorie d'Enskog - Principe des états correspondants.
Application au calcul de la viscosité du méthane comprimé.
 - a) - Théorie d'Enskog
 - b) - Principe des états correspondants
 - c) - Principe des états correspondants : forme modifiée
4. - Comparaison des valeurs calculées avec les résultats
Expérimentaux
Conclusion.
 - a) - Comparaison
 - b) - Conclusion

Bibliographie

ETALONNAGE DU VISCOSIMETRE

(AZOTE R)

$T=30^{\circ}\text{C}$



<u>P. bar</u>	<u>η/t</u>
100	2,650
150	2,719
200	2,746
250	2,767
300	2,787
350	2,806
400	2,823
450	2,841
500	2,860
550	2,877
600	2,895
650	2,917

η/t

ETALONNAGE DU VISCOSIMETRE

(AZOTE.R)

T=75°C

2,200

2,100

2,000

1,900

BAR	η/t
100	1,854
150	1,890
200	1,934
250	1,970
300	2,007
350	2,043
400	2,070
450	2,092
500	2,112
550	2,130

100

150

200

250

300

350

400

450

500

550 BAR

V. - 1 - ETALONNAGE DE L'APPAREIL -

Nous utilisons ce type d'appareil comme un viscosimètre à mesures relatives exigeant donc au préalable un étalonnage. Pour cela, nous avons utilisé de l'azote R (produit fourni très pur par la Société Air Liquide). La viscosité de ce gaz peut être considérée comme bien connue à la suite des travaux de différents auteurs (9, 28, 31, 53) jusqu'à 3000 bars. Nous donnons dans les tableaux suivants les valeurs qui nous ont servi à l'étalonnage, établies d'après les publications de MICHELS et GIBSON (9), ROSS et BROWN (31), LAZARRE et VODAR (28).

TABLEAU N° 1

VISCOSITE DE L'AZOTE A 30° D'APRES DIVERS AUTEURS (9, 31, 28)

P. Bar	(9)	(31)	(28)	Valeurs adoptées.
100	200	200		200
200	231	230		231
300	266	264		265
400	303	303		303
500	341	340	345	341
600	379	382		380
1000	519	-	521	520

TABLEAU N° 2

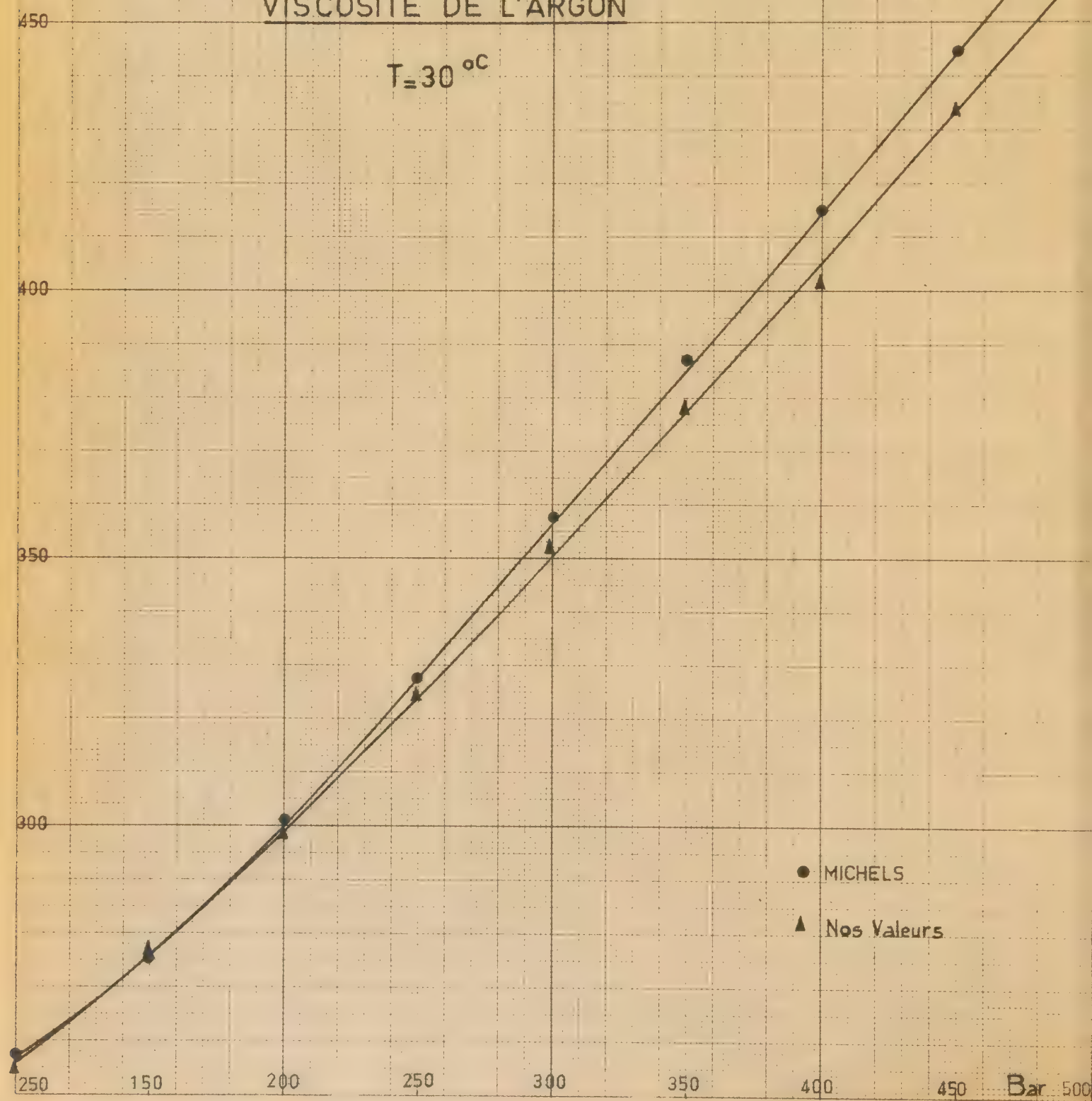
VISCOSITE DE L'AZOTE A 75°, D'APRES DIVERS AUTEURS (9, 28)

P. Bar	(9)	(28)	Valeurs adoptées.
100	216		216
200	237		237
300	266		266
400	297		297
500	327	328	327
600	359		359
1000	474	476	475

Micropoises

VISCOSITE DE L'ARGON

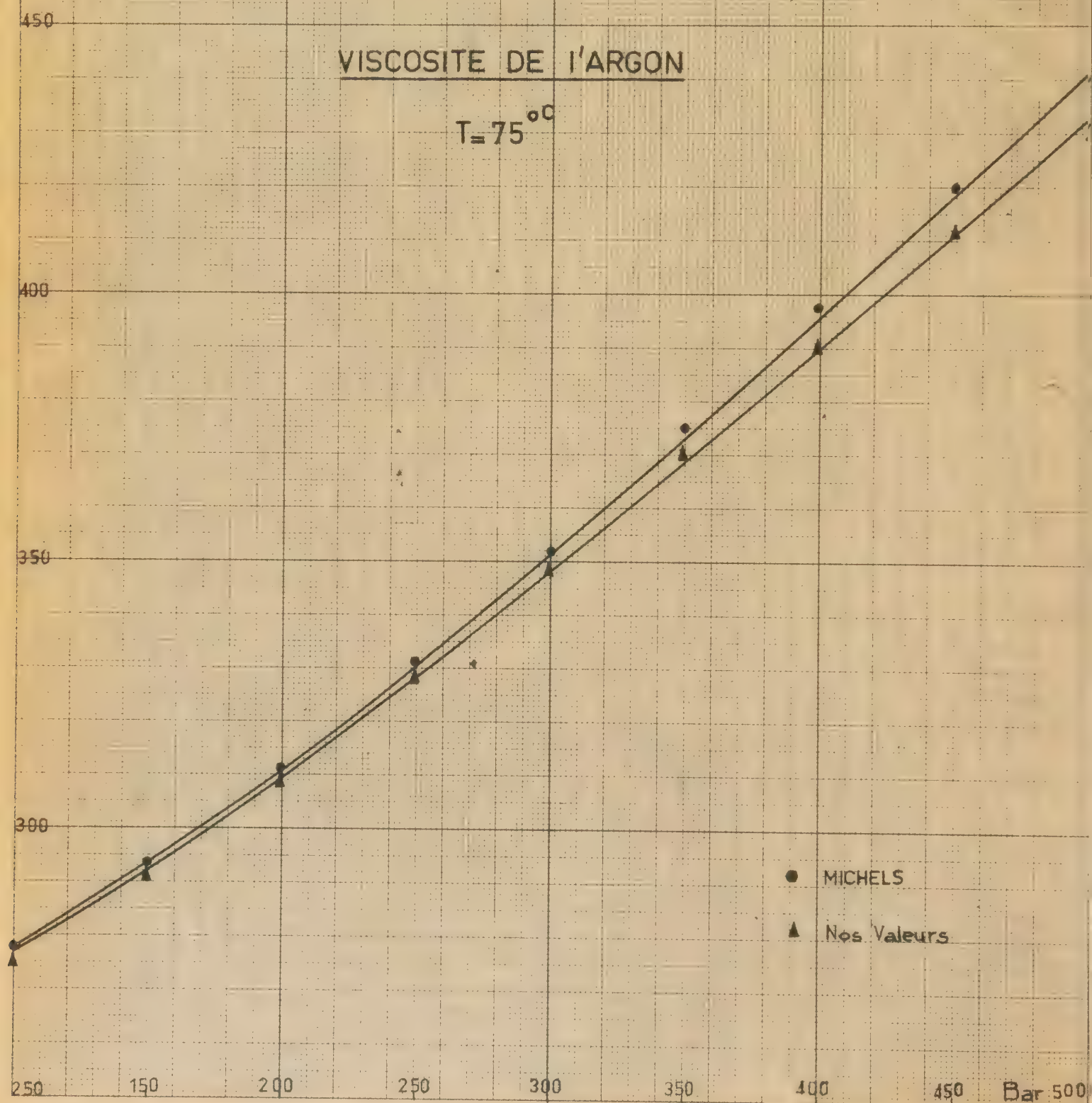
$T=30^{\circ}\text{C}$



Micropoises

VISCOSITE DE L'ARGON

$T = 75^{\circ}\text{C}$



En vue de vérifier la pureté de l'azote utilisé, nous en avons mesuré la densité par rapport à l'air. Il a été obtenu pour quatre déterminations .

$$d = 0,9674$$

$$d = 0,9676$$

$$d = 0,9675$$

$$d = 0,9670$$

alors que la valeur donnée dans les tables est de $d = 0,9672$ pour l'azote pur. Ce gaz étalon nous a permis de tracer à diverses températures les courbes $\eta/t = f(P)$ représentées par les figures 13 et 14, où η est la viscosité en micropoises, t est le temps d'écoulement en secondes, P est la pression dans l'enceinte en Bars.

Connaissant la courbe $f(P)$ et le temps d'écoulement t , on peut en déduire la viscosité η des gaz étudiés.

Dans cette série d'expérience la pression a été mesurée avec une balance manométrique dont la précision relative est de $0,1\%$. Les températures ont été mesurées à l'aide d'un thermocouple et d'un potentiomètre, à mieux que $1/20$ de degré. La mesure des temps a été faite au $1/10$ de secondes, les temps d'écoulement étant de plusieurs centaines de secondes avec une reproductibilité voisine de $0,5$ seconde.

V. - 2 - RESULTATS EXPERIMENTAUX - COMPARAISON AVEC LA LITTERATURE -

Nous avons étudié l'argon, le méthane et le gaz brut de LACQ.

- a) - Argon : nous l'avons étudié à $T = 30^\circ\text{C}$ et $T = 75^\circ\text{C}$. Les courbes représentées par les figures 15 et 16 donnent nos résultats pour ces 2 isothermes. Jusqu'à 500 Bars, ils concordent à mieux que 2% avec ceux des auteurs (16, 53, 63) ayant mesuré la viscosité de l'argon jusqu'à cette pression.

Ayant déterminé expérimentalement la densité de l'argon que nous avons étudié, nous avons obtenu une densité par rapport à l'air de ;

$$d = 1,3834$$

$$d = 1,3838$$

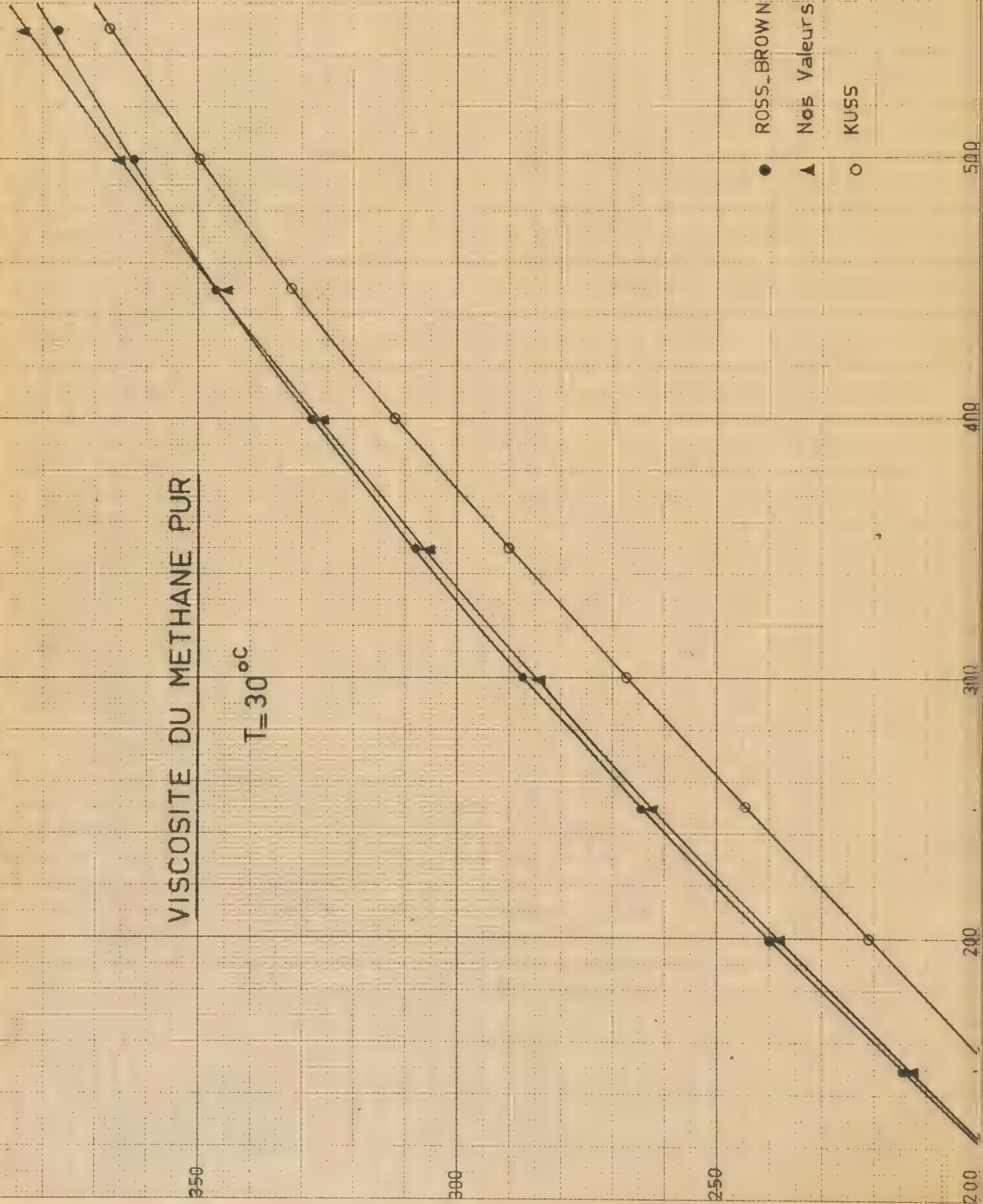
$$d = 1,3833$$

pour trois déterminations, alors que les tables indiquent $d = 1,3788$.

Micropoises

VISCOSITE DU METHANE PUR

$T = 30^{\circ}\text{C}$



ROSS-BROWN

Nos Valeurs

KUSS

200

250

300

350

400

450

500

Bar

Ceci nous conduit à penser que l'écart de 2 % peut être attribué au fait que l'argon utilisé n'était pas assez pur.

- b) - Méthane : le gaz que nous avons étudié avait une pureté de 99,9 %. La purification en avait été effectuée dans notre laboratoire, à partir du gaz épuré commercial (SDGP) fourni par l'Usine de LACQ.

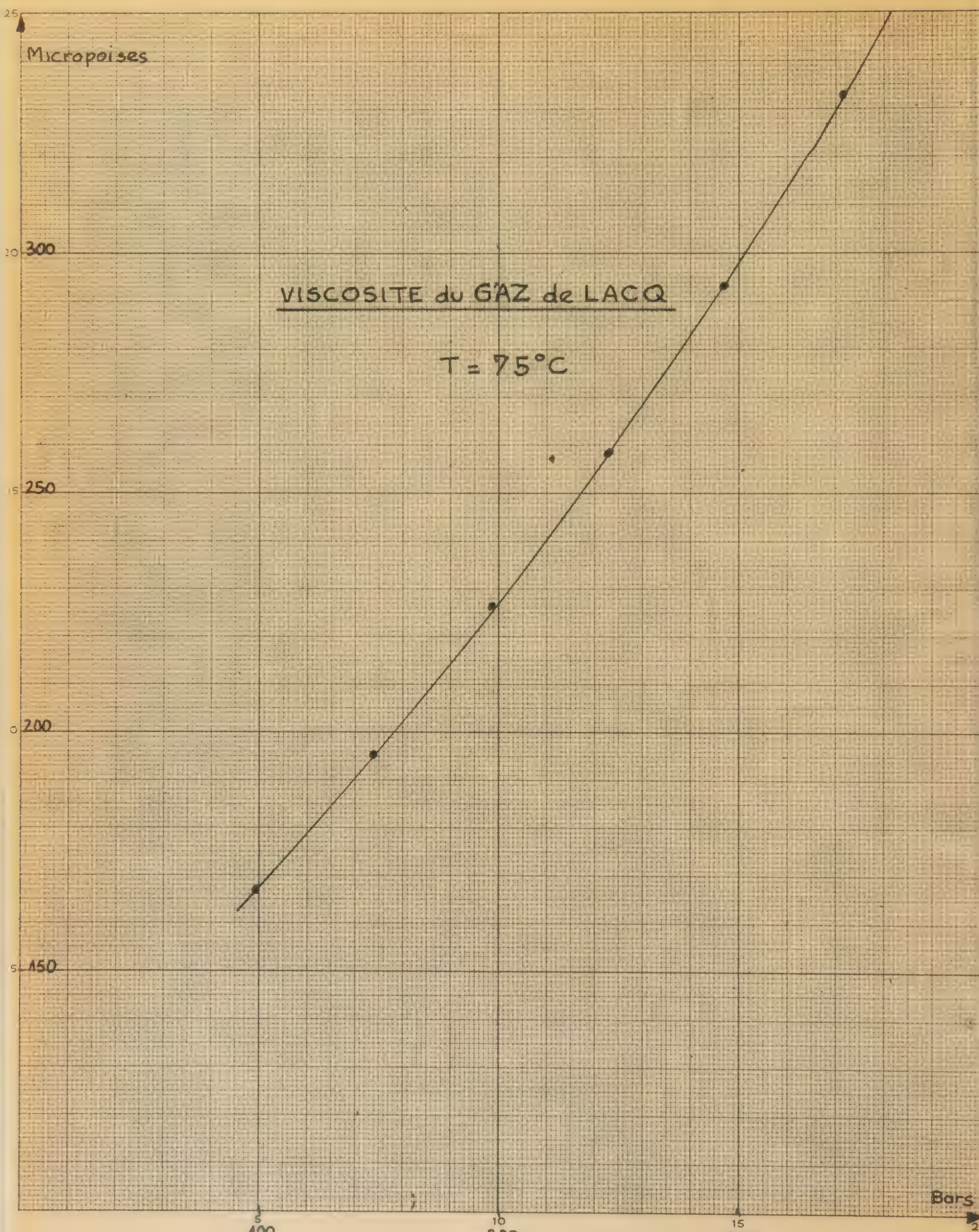
Nous avons tracé l'isotherme 30°C (fig. 17), dont les valeurs sont données dans le tableau N°3, avec celles d'autres auteurs (19, 31).

TABLEAU N° 3

P. Bar	nos valeurs	(31)	(19)
100	148	148	134
150	165	165	155
200	190	190	178
250	217	217	200
300	242	243	223
350	267	268	246
400	288	291	269
450	310	312	292
500	330	332	314
550	350	350	334
600	369	366	352

Jusqu'à 500 Bars, nos valeurs présentent un excellent accord avec celles de ROSS et BROWN (3) et de CARR (26), la concordance étant meilleure que 1 %.

L'écart avec celles de KUSZ (19) est beaucoup plus important, mais cet auteur déclare avoir utilisé un gaz de pureté 97 % seulement.



- c) - Gaz brut de LACQ : le gaz étudié avait été prélevé à haute pression dans un puits du Champ de LACQ. Nous disposons ainsi de gaz à une pression supérieure à 400 Bars, dans des cellules de volume voisin de 1500 Cm³. Dans ces conditions, il nous a été possible d'éviter le recours au compresseur à mercure. Les résultats obtenus à 75° sont donnés figure 18. Nous ne pouvions pas travailler à une température inférieure à cause des risques de condensation des hydrocarbures lourds contenus dans le gaz.

V. - 3 - THEORIE D'ENSKOG. PRINCIPE DES ETATS CORRESPONDANTS.

APPLICATION AU CALCUL DE LA VISCOSITE DU METHANE COMPRIME.

a) - Théorie d'Enskog -

Elle est actuellement considérée comme la plus complète des théories existantes, et comme celle donnant les meilleurs résultats.

C'est une modification de la classique théorie cinétique des gaz, dans laquelle Enskog a introduit les hypothèses suivantes : les molécules sont des sphères rigides élastiques : il n'y a pas de forces d'attraction entre ces molécules. Les hypothèses précédentes ont pour conséquences que lors d'un choc, il y a instantanément transfert de l'énergie et de la quantité de mouvement entre les deux molécules, et que la probabilité des chocs multiples est faible devant celle des chocs binaires (ce qui ne se vérifie certainement pas dans le cas de gaz très denses). Le volume des molécules (qui ne sont plus considérées comme ponctuelles, mais dotées d'un diamètre effectif) n'est pas négligeable comparé au volume occupé par le gaz. Par conséquent, il est nécessaire de considérer un facteur de probabilité de choc égal à l'unité pour les gaz raréfiés, croissant avec la densité et devenant infini quand le gaz est dans un état où les molécules sont si étroitement imbriquées les unes dans les autres que tout mouvement est impossible.

Suivant CLAUSIUS et BOLTZMANN, dont les calculs ont été repris par CHAPMAN et COWLING (71), ce facteur de probabilité pour deux molécules situées à proximité l'une de l'autre, est représenté par un développement de la forme

$$\eta = 1 + \frac{5}{8} \frac{b}{V} + \frac{4}{15} \left(\frac{b}{V}\right)^2 + 0,115 \left(\frac{b}{V}\right)^3 + \dots$$

dans lequel $b = \frac{2}{3} \pi N \sigma^3$, $V = \frac{M}{\rho}$ est le volume d'une mole de gaz dans les conditions de pression et de température P et T, et σ le diamètre de collision.

L'hypothèse des molécules sphériques rigides permet, au prix de calculs très ardu, d'obtenir l'expression des coefficients de viscosité, conductibilité thermique ou self diffusion, en tenant compte du facteur γ défini précédemment. En particulier, le coefficient de viscosité η est obtenu sous la forme

$$\eta = \frac{1}{\gamma} \left[1 + \frac{4}{5} \frac{b}{V} \cdot \gamma + 0,761 \left(\frac{b}{V} \gamma \right)^2 \right] \eta_0$$

En posant $y = \frac{b}{V} \cdot \gamma$, on peut écrire plus simplement

$$\frac{\eta}{\eta_0} \frac{V}{b} = \frac{1}{y} + 0,800 + 0,761 y.$$

On peut enfin, en utilisant le développement limité de γ , obtenir pour y l'expression ci-dessous :

$$y = \frac{b}{V} + 0,625 \left(\frac{b}{V} \right)^2 + 0,287 \left(\frac{b}{V} \right)^3 + 0,115 \left(\frac{b}{V} \right)^4 + \dots$$

Nous avons maintenant le moyen de calculer la viscosité du méthane en fonction de la pression P et de la température T , si pour ce gaz nous connaissons b , V , y et η_0 ; il suffit de connaître b et V puisque l'on peut ensuite en tirer y ou γ .

1) - Calcul de b .

$$\text{Nous avons vu que } b = \frac{2}{3} \pi N \sigma^3$$

On relève dans les tables $\sigma = 3,817$ Angström, et on calcule aisément $b = 70,16 \text{ cm}^3/\text{mole}$.

2) - Calcul de V .

Comme $V = \frac{M}{\rho}$, ρ étant la masse volumique en g/cm^3 , il est nécessaire d'avoir les valeurs de ρ dans les conditions de température et de pression pour lesquelles sont effectués les calculs. La masse moléculaire du méthane est prise égale à 16,04.

Dans un travail précédent, on avait déjà déterminé au laboratoire les masses volumiques à hautes pressions et températures d'un certain nombre de gaz, dont le méthane pur. Nous disposons donc des données numériques de ρ nécessaires au calcul de V .

Elles sont consignées dans le tableau n°4.

- 3) - Valeur de y . On a vu qu'il pouvait être calculé à partir du développement

$$y = \frac{b}{V} + 0,625 \left(\frac{b}{V}\right)^2 + 0,287 \left(\frac{b}{V}\right)^3 + 0,115 \left(\frac{b}{V}\right)^4$$

Mais ce calcul n'est valable qu'aussi longtemps que les termes en $\left(\frac{b}{V}\right)^4$ restent suffisamment petits devant les termes précédents, (cela suppose que le terme en $\left(\frac{b}{V}\right)^5$ sera négligeable devant les termes précédents). Ceci ne se vérifie déjà plus pour une pression de 200 bars pour laquelle y s'écrit

$$y = 0,656 + 0,268 + 0,083 + 0,023$$

Aussi, les termes supérieurs à $\left(\frac{b}{V}\right)^4$ n'étant pas connus, avons-nous estimé préférable d'utiliser les résultats de KIRKWOOD et ses collaborateurs (69), qui ont, en exploitant une équation d'état perfectionnée adaptée au modèle de gaz constitué par des sphères rigides, tracé la courbe $y = f\left(\frac{b}{V}\right)$ dans un large domaine de pression. Les valeurs figurent dans le tableau n°4.

- 4) - Valeur de η_0 . Pour un certain nombre de gaz, la viscosité à pression atmosphérique, et dans un assez large domaine de température, se trouve dans les tables. En particulier, JOHNSON et Mc CLOSKEY (70) ont donné pour le méthane la valeur à 30°C, température pour laquelle nous avons fait nos calculs :

$$\eta_0 = 112 \text{ micropoises.}$$

- 5) - Disposant de toutes les données numériques, rapportées dans le tableau n°4, nous avons pu calculer η , d'après

$$\eta = \eta_0 \cdot \frac{b}{V} \left(\frac{1}{y} + 0,800 + 0,761 y \right)$$

$\eta \cdot 10^3$

VISCOSITE CINEMATIQUE
DU METHANE

$T = 30^\circ \text{C}$

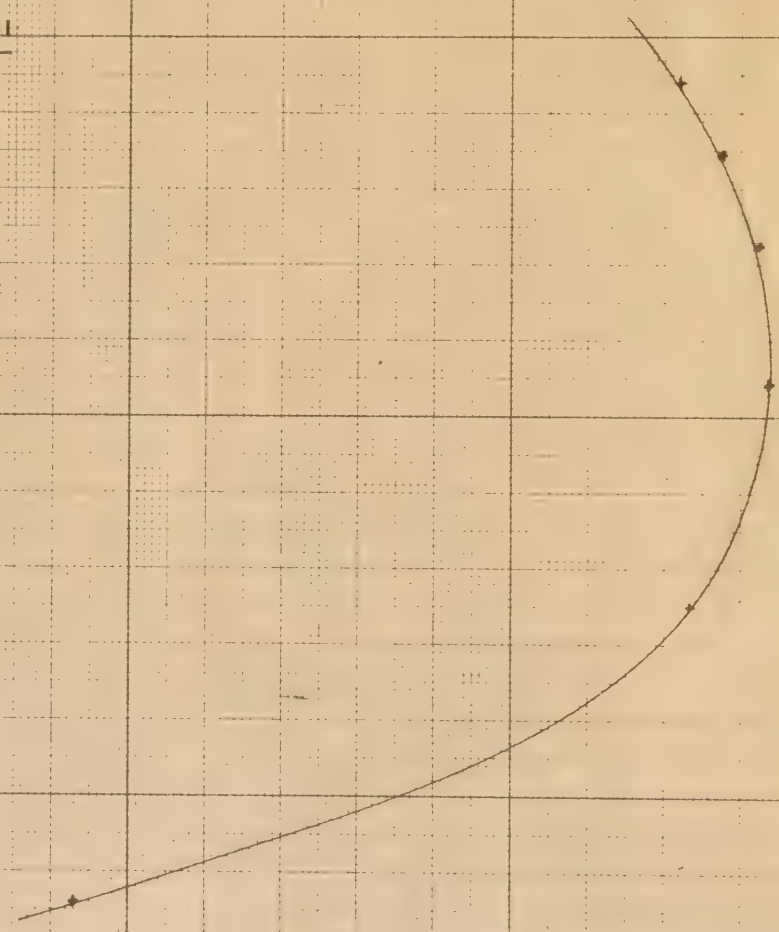


fig 19

ρ (g/cm³)

TABLEAU N°4

P_{Bar}	100	200	300	400	500
ρ	0,0715	0,150	0,208	0,245	0,269
$(\frac{1}{V} = \frac{\rho^2}{M}) \cdot 10^3$	4,458	9,351	12,93	15,23	16,73
$\frac{b}{v}$	0,313	0,656	0,907	1,069	1,173
y	0,39	0,96	1,64	1,96	2,24
η (à 30°)	129	189	269	335	388

Remarque : En transformant la relation précédente pour faire apparaître $\rho = \frac{M}{V}$, on écrit :

$$\frac{\eta}{\rho} \cdot \frac{V}{b} = \frac{\eta}{\eta_0} \cdot \frac{M}{b} \cdot \frac{1}{\rho} = \frac{\eta}{\rho} \cdot \frac{M}{b \cdot \eta_0} = \frac{1}{y} + 0,8 + 0,761 y$$

L'expression ci-dessus présente un minimum calculable, dont la valeur est de 2,545 pour $y = 1,146$.

En conséquence, si on détermine le minimum par exemple de la fonction $\eta/\rho \cdot \chi(\rho)$, on peut calculer une valeur de b , connaissant M et η_0 .

Le tableau n°5, et la figure 19 où est tracée la courbe en fonction de ρ , nous donnent $(\eta/\rho)_{\min} = 1,16 \cdot 10^{-3}$

TABLEAU N°5

P_{Bar}	100	200	300	400	500	600
η	148	190	242	288	330	369
ρ	0,0715	0,150	0,208	0,245	0,269	0,288
$(\frac{\eta}{\rho}) \cdot 10^3$	2,07	1,265	1,165	1,175	1,225	1,28

On peut calculer $b = \frac{1}{2,545} \frac{M}{\rho_0} \left(\frac{1}{\rho} \right)_{\min} = 66,5$

Cette valeur est voisine de celle de 70,16 que nous avons relevée dans les tables et qui a été obtenue en calculant le deuxième coefficient de l'équation du viriel.

b) - Principe des états correspondants -

Ce principe, énoncé à l'origine par VAN DER WAALS, et basé sur son équation, utilise les variables usuelles réduites, c'est-à-dire, les rapports des variables à leur valeur critique.

T_c, P_c, V_c, η_c désignant respectivement les température, pression, volume et viscosité critique, les valeurs réduites, caractérisées par l'indice R, seront

$$T_R = \frac{T}{T_c}, \dots$$

Le principe s'énonce : toute substance obéissant à l'équation d'état, obéit de même à cette loi quand on emploie les variables réduites.

Un certain nombre d'auteurs, pour la plupart américains, ont appliqué systématiquement ce principe pour le calcul d'équation d'état, de mélanges de gaz (gaz naturel de pétrole spécialement). En particulier, HOUGEN et WATSON (14), ont établi les abaques donnant les viscosités réduites en fonction des températures réduites, pour diverses valeurs de la pression réduite.

L'utilisation de cette abaque implique la connaissance de la viscosité critique. Cette donnée n'est pas facilement accessible à l'expérience, mais les travaux de KAMMERLING-ONNES (13) ont établi que la viscosité critique pouvait être calculée par la relation :

$$\eta_c = 61,6 \sqrt{\frac{M \cdot T_c}{V_c^{2/3}}}$$

où les unités sont respectivement la micropoise, le gramme, le degré KELVIN et le cm³.

On tire des tables données par HIRSCHFELDER (11) les valeurs critiques du méthane :

$$V_c = 99,0 \text{ cm}^3, T_c = 190,7^\circ\text{K}, P_c = 46,36 \text{ bars.}$$

On peut alors calculer $\eta_c = 159,5$ micropoises, d'après la relation précédente. Disposant ainsi de toutes les données nécessaires, nous avons pu calculer la viscosité du méthane en fonction de la pression. Les résultats sont consignés dans le tableau n°6, avec $T_R = 1,59$ pour 30°C .

TABLEAU N°6

P_{Bar}	100	200	300	400	500
P_R	2,16	4,31	6,47	8,63	10,78
η_R	0,91	1,27	1,62	1,9	2,1
$\eta_c = \eta_c \cdot \eta_R$	145	202	258	303	335

c) - Principe des états correspondants : forme modifiée -

Les caractéristiques critiques d'un corps sont souvent connues avec peu de précision, en particulier, la viscosité. Pour pallier cette carence, COMINGS et ses collaborateurs (25) ont proposé d'utiliser comme forme réduite le rapport η^* de la viscosité aux conditions T et P , à la viscosité à T et $P = 0$. Or la théorie cinétique des gaz montre que le coefficient de viscosité est un indépendant de la pression pour des pressions allant jusqu'à la pression atmosphérique. Aussi, en pratique, on prend comme dénominateur de ce rapport, la viscosité à T et $P = 1$ atmosphère et on peut écrire :

$$\eta^* = \frac{\eta(T, P)}{\eta(T, P = 0)} \approx \frac{\eta(T, P)}{\eta(T, P = 1)}$$

Ces auteurs ont établi les abaques nécessaires donnant les viscosités η^* en fonction des températures réduites T_R pour diverses valeurs de la pression réduite P_R .

Nous pouvons donc établir le tableau n°7, donnant la valeur de η_c à 30° en fonction de la pression avec à cette température, $T_R = 1,59$, et la viscosité à pression atmosphérique égale à 112 micropoises.

TABLEAU N°7

P_{Bar}	100	200	300	400	500
P_R	2,16	4,31	6,47	8,63	10,78
η^*	1,29	1,66	2,10	2,50	2,95
$\eta = \eta^* \times \eta_0$	145	186	235	280	330

V. - 4 - COMPARAISON DE VALEURS CALCULEES AVEC LES RESULTATS -

a) - Comparaison des valeurs calculées avec les résultats expérimentaux -

Nous avons regroupé, dans le tableau N°8, les diverses valeurs de η à 30° en fonction de la pression, obtenues expérimentalement, ou en application des théories et principes exposés dans les paragraphes précédents.

TABLEAU N° 8

P_{Bar}	100	200	300	400	500
Valeur expérimentale	148	190	242	288	330
Théorie d'ENSKOG	129	189	269	335	388
Principe des états correspondants	145	202	258	303	335
Principe des états correspondants Forme modifiée	145	186	235	280	330

b) - Conclusion -

Comme on peut le constater dans le tableau précédent, le principe des états correspondants permet le calcul de valeurs assez approchées des valeurs expérimentales, mais il exige l'établissement préalable d'abaques suivant des procédés semi empiriques.

Pratiquement il semble qu'il est ainsi possible de calculer des valeurs de viscosité non disponibles dans la littérature, valeurs obtenues avec une approximation suffisante du point de vue technique.

Dans le cas du méthane, la théorie d'ENSKOG conduit à des résultats qui peuvent être considérés comme très satisfaisants si l'on tient compte des hypothèses sur lesquelles il s'est basé. En effet, la molécule de méthane ne peut pas, en toute rigueur, être considérée comme sphérique.

Par contre, en ce qui concerne l'argon, pour lequel les hypothèses d'ENSKOG sont heureusement plus valables, les écarts entre les valeurs calculées suivant la théorie et les valeurs expérimentales sont beaucoup plus réduits (au plus 10 % dans le domaine de 100 à 600 Bars), comme l'ont montré les travaux de MICHELS et de ses collaborateurs (16).

La concordance se révèle moins bonne dans le cas de l'azote (9,29).

Les valeurs calculées et expérimentales sont cependant du même ordre de grandeur et on peut penser que des perfectionnements à la théorie d'ENSKOG permettront d'obtenir des résultats encore plus satisfaisants, mais certainement au prix d'un accroissement important de la complexité des calculs.

BIBLIOGRAPHIE

- (69) - KIRKWOOD, MAUN, ALDER - J. Chem. Phys., 1950, 18, 1040
- (70) - JOHNSON, Mc CLOSKEY - J. Phys. Chem., 1940, 44, 1038
- (71) - CHAPMAN, COWLING - Math. Theory of Non Uniform gases.
Cambridge 1939

CONCLUSIONS ET RESUME

CONCLUSION GENERALE

Le problème qui nous était posé lors de notre arrivée à la S.N.P.A. était un problème d'ordre purement pratique. La connaissance du coefficient de viscosité du gaz de LACQ, dans les conditions de gisement et d'extraction, ainsi que des variations de ce coefficient en fonction des variations de la pression et de la température était nécessaire pour faciliter l'étude des paramètres des canalisations. Le but de notre travail a donc été de construire et d'étalonner un appareil qui permette d'obtenir ces résultats. Mais au cours de notre travail de recherches, nous n'avons jamais perdu de vue l'intérêt qu'il y aurait à ce que ce viscosimètre puisse être utilisé pour l'étude de gaz corrosifs purs.

Le fait d'avoir à manipuler sur un gaz corrosif, comprimé et porté à des températures variables, nous a imposé la méthode de mesure et donc le type de l'appareil. Si la conception théorique de celui-ci a été relativement aisée, nous nous sommes par contre heurtés à d'énormes et multiples difficultés techniques. Il semble bien d'ailleurs que ce soient effectivement des problèmes d'ordre technologique qui limitent l'extension de l'emploi de ce viscosimètre vers le domaine des températures plus élevées. Quoi qu'il en soit l'expérience a montré que nous avons mis au point un dispositif résistant bien à la corrosion par le gaz de LACQ et permettant d'opérer jusqu'à 1000 bars environ pour des températures allant jusqu'à 100°C.

L'essai d'établissement de la loi d'écoulement dans notre appareil nous a conduit à une relation trop complexe pour pouvoir être manipulée commodément mais nous a permis de justifier l'emploi de notre dispositif comme viscosimètre relatif. Une fois l'étalonnage effectué avec l'azote, nos mesures ont porté sur l'argon et le méthane. L'accord avec les résultats expérimentaux déjà existants est dans l'ensemble excellent et nous avons pu les compléter dans certain cas.

Nous n'avons jamais perdu de vue l'intérêt que présentent nos mesures dans le domaine de la recherche fondamentale.

Comme on le voit sur les courbes ou les tableaux numériques, le coefficient de viscosité est loin d'être indépendant de la pression. Il croît nettement avec elle. Nous avons jugé important de comparer nos résultats expérimentaux avec les résultats calculés soit à partir de la théorie d'Enskog, soit à partir du principe des états correspondants sous sa forme ordinaire ou sous sa forme modifiée. Il est visible que le meilleur accord se réalise avec le principe des états correspondants sous sa forme modifiée. Le modèle d'Enskog à sphères rigides est trop élémentaire pour bien rendre compte des résultats expérimentaux dès que les distances

intermoléculaires deviennent relativement faibles. Les interactions en dehors des chocs ne peuvent évidemment plus être négligées. Le théorème du viriel permettrait peut être d'élargir la théorie d'Enskog en tenant compte de ces interactions.

L'utilisation de notre montage à l'étude de divers échantillons du gaz de IACQ nous a montré qu'il résistait très bien à l'action des gaz corrosifs.

Nous espérons donc qu'il sera possible de l'employer à mesurer l'influence de la pression et de la température sur la viscosité de l'hydrogène sulfuré. En effet, ces déterminations n'ont jamais été faites à pression et température élevées, et une comparaison avec les résultats obtenus dans les mêmes conditions pour la vapeur d'eau serait certainement très intéressante.

DEUXIEME THESE

COMPRESSIBILITE DES GAZ

VU et permis d'imprimer

MONTPELLIER, le

Le Recteur de l'Académie
de MONTPELLIER,

VU et approuvé

MONTPELLIER, le

Le Doyen de la Faculté
des Sciences,

B. CHARLES.

